

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ**

**KLEBER ALVES DOS SANTOS BERTÉ**

**TECNOLOGIA DA ERVA-MATE SOLÚVEL**

**CURITIBA  
2011**

**KLEBER ALVES DOS SANTOS BERTÉ**

**TECNOLOGIA DA ERVA-MATE SOLÚVEL**

Tese apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de Doutor em Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Rosemary Hoffmann Ribani

**CURITIBA  
2011**

---

B537t Berté, Kleber Alves dos Santos  
Tecnologia da erva-mate solúvel [manuscrito] / Kleber Alves  
dos Santos Berté. – Curitiba, 2011.  
160f. . : il. [algumas color.] ; 30 cm.

Impresso.

Tese (doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Setor de  
Tecnologia, Programa de Pós-graduação em Tecnologia de  
Alimentos, 2011.

Orientadora: Rosemary Hoffmann Ribani.

1.Erva-mate. 2. Erva-mate - Indústria. I. Universidade Federal do  
Paraná. II. Ribani, Rosemary Hoffmann. III. Título.

CDD: 663.96

---

---


**KLEBER ALVES DOS SANTOS BERTÉ**

**TECNOLOGIA DA ERVA-MATE SOLÚVEL**


Tese aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor no Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, da Universidade Federal do Paraná, pela Comissão formada pelos professores:

  
Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. ROSEMARY HOFFMANN RIBANI  
Setor de Tecnologia, UFPR

  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. EDNA REGINA AMANTE  
Centro de Ciências Agrárias, UFSC

  
Prof. Dr. AGENOR MACCARI JUNIOR  
Setor de Ciências Agrárias, UFPR

  
Prof. Dr. RENATO JOÃO SOSSELA DE FREITAS  
Setor de Tecnologia, UFPR

  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. MARCIA REGINA BEUX  
Setor de Ciências Biológicas, UFPR

Curitiba, 17 de junho de 2011.

## AGRADECIMENTOS

Agradecer a todos, que de uma forma ou de outra estiveram envolvidos nessa tarefa difícil de execução da tese de doutorado, é o mínimo que se pode fazer para demonstrar minha gratidão e expressar também o quanto precisamos do apoio uns dos outros para qualquer tarefa que se queira realizar.

À minha família **Pedro Henrique** e aos meus **pais, sogros e irmãos**, pelo amor, atenção, dedicação e suporte emocional.

À profa. Dra. **Rosemary Hoffmann Ribani** pela amizade, colaboração e orientação durante o decorrer desse trabalho.

Aos professores, Dr. **Agenor Maccari Junior**, Dra. **Edna Regina Amante**, Dra. **Márcia Regina Beux** e Dr. **Renato João Sossela de Freitas**, membros da banca examinadora, pelas sugestões apresentadas ao trabalho.

As empresas, **Herbarium** (Colombo - PR), **Baldo S/A** (São Mateus do Sul - PR), **Chamel** (Campo Largo - PR), **Heide Extratos Vegetais** (Pinhais - PR), **Colloides Naturels Brasil** (São Paulo - SP), por colaborar com a execução desse trabalho.

Muito obrigado aos amigos **Dayane Izidoro, Erka Fugmann, Estefano Dranka, Cristina Guolo, Aline Lima, Catia Frizon, Fernanda Costa, Fabiana Dutra, Felipe Richter, Ana Carolina Asbahr, Mirian Salvador, Patrícia Spada e Julia Endo**, que de uma forma ou de outra me auxiliaram na execução de muitas etapas desta tese.

Muito obrigado **Neusa de Almeida Rucker**, minha grande amiga e orientadora, sempre presente em minha vida.

Aos **professores e funcionários** do TC/PPGTA, especialmente ao Paulo Krainski.

Ao **Centro de Microscopia Eletrônica – UFPR**.

Ao **Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos – CEPPA**.

**Obrigado!!!**

## RESUMO

### TECNOLOGIA DA ERVA-MATE SOLÚVEL

A erva-mate (*Ilex paguariensis* A. St.-Hil.) é uma árvore da família Aquifoliaceae, que ocupa uma região da América do Sul de aproximadamente 540.000 km<sup>2</sup>, situada entre o noroeste Argentino, o leste do Paraguai e sul do Brasil. Os estados do Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul são os maiores produtores e consumidores de erva-mate. O chimarrão é a bebida mais apreciada e o seu consumo está vinculado às tradições e hábitos culturais predominantemente na região sul do país. O desenvolvimento tecnológico de processos e produtos à base de erva-mate permite expansão de mercado consumidor, ampliação na distribuição geográfica de produtos, diversificação de público alvo e, conseqüentemente, aumento na rentabilidade de toda a cadeia produtiva de erva-mate. O chá mate é um produto de sabor agradável e de fácil aceitação tanto no mercado interno como externo. O desenvolvimento de novos produtos, como a erva-mate solúvel, também conhecida como extrato de erva-mate, é uma inovação tecnológica para o segmento produtivo ervateiro. A erva-mate solúvel é fonte de compostos químicos bioativos responsáveis por efeitos funcionais e tecnológicos. As substâncias químicas em maior concentração na erva-mate são os compostos fenólicos e a cafeína.

**Capítulo 1.** A erva-mate é uma planta nativa da América do Sul utilizada para o preparo de bebidas estimulantes em função da cafeína e antioxidantes devido à presença de compostos fenólicos. Este capítulo apresenta as principais características da erva-mate e o potencial de inovação que deve ser explorado para o desenvolvimento regional do setor ervateiro. **Capítulo 2.** A erva-mate solúvel obtida por *spray-dryer* foi processada com erva-mate verde padrão industrial para chimarrão. A erva-mate solúvel obtida foi caracterizada por meio de determinações físicas, químicas e microbiológicas. **Capítulo 3.** A atividade antioxidante do extrato de erva-mate obtido por *spray-dryer* foi avaliada por meio da capacidade do extrato em sequestrar o radical livre (DPPH) e pela atividade catalase-*like*. O extrato puro de erva-mate apresenta um alto teor de compostos fenólicos com propriedades antioxidantes. Dessa forma, é possível utilizar esse novo ingrediente no desenvolvimento de novos produtos. **Capítulo 4.** A atividade antimicrobiana é uma propriedade pesquisada em plantas e especiarias de aplicação culinária e medicinal. O extrato puro de erva-mate apresenta compostos químicos com atividade antimicrobiana frente à cepa de *Staphylococcus aureus*. **Capítulo 5.** A gelatina funcional de erva-mate foi elaborada com o extrato puro de erva-mate verde associado com fibras solúveis. Esses ingredientes são responsáveis por alegações funcionais e nutricionais do alimento, tais como: antioxidante (presença de compostos fenólicos) e ingestão de fibra alimentar (presença de fibras). **Capítulo 6.** A microencapsulação de erva-mate com diferentes combinações e proporções de goma acácia, gelatina e maltodextrina foi realizada em *spray-dryer* com avaliação das propriedades químicas e tecnológicas por meio de determinações físico-químicas e microscopia eletrônica de varredura. O desenvolvimento de distintas microcápsulas de erva-mate permite múltiplas aplicações tecnológicas no desenvolvimento de produtos alimentícios, farmacêuticos e cosméticos.

**Palavras-chave:** Erva-mate. Alimentos funcionais. Spray-dryer. Desenvolvimento tecnológico. Extrato solúvel.

## ABSTRACT

### TECHNOLOGY YERBA MATE SOLUBLE

Yerba mate (*Ilex paguariensis* A. St.-Hil.) is a tree Aquifoliaceae family, which occupies an area of South America of approximately 540,000 km<sup>2</sup>, situated between the Argentine northwest, eastern Paraguay and southern Brazil. The states of Parana, Santa Catarina and Rio Grande do Sul are the largest producers and consumers of mate. The mate is the beverage of choice and its consumption is linked to the traditions and cultural habits predominantly in the south of the country. Technological development of processes and products of mate allows expansion of the consumer market, expanding the geographic distribution of products, diversification of target audience and hence increased profitability throughout the supply chain of yerba mate. The mate tea is a product of good flavor and easy acceptance both domestically and externally. The development of new products, such as yerba mate soluble, also known as yerba mate extract, is a technological innovation to the productive sector ervateiro. Yerba mate is a source of soluble bioactive compounds responsible for functional and technological effects. The chemicals in higher concentrations in maté are the phenolic compounds and caffeine. Chapter 1. The yerba mate plant is a native of South America used for preparing drinks according to the stimulants caffeine and antioxidants due to the presence of phenolic compounds. This chapter presents the main characteristics of yerba mate and innovation potential should be explored for regional development sector ervateiro. Chapter 2. The mate-soluble obtained by spray-dryer was processed yerba mate green yerba mate industry standard. The mate-soluble obtained was characterized by physical measurements, chemical and microbiological. Chapter 3. The antioxidant activity of yerba mate extract obtained by spray-dryer was evaluated through the ability of the extract in kidnap the free radical (DPPH) and catalase-like activity. The pure extract of yerba mate has a high content of phenolic compounds with antioxidant properties. Thus, you can use this new ingredient for the development of new products. Chapter 4. The antimicrobial activity is a property investigated in plants and spices for cooking and medicinal application. The pure extract of yerba mate provides chemical compounds with antimicrobial activity against the strain of *Staphylococcus aureus*. Chapter 5. Gelatin functional mate was prepared with the pure extract of yerba mate green associated with soluble fiber. These ingredients are responsible for functional and nutritional claims of food, such as antioxidant (phenolic compounds) and dietary fiber intake (presence of fibers). Chapter 6. Microencapsulation of yerba mate with different combinations and proportions of gum acacia, gelatin and maltodextrin was carried out in spray-dryer with the evaluation of chemical and technological properties of determinations by physical, chemical and scanning electron microscopy. The development of different microcapsules mate allows multiple applications of technology in the development of food products, pharmaceuticals and cosmetics.

**Keywords:** Yerba Mate. Functional foods. Spray-dryer. Technological development. Soluble extract.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

### Capítulo 1 A ERVA-MATE

FIGURA 1.1 -	ESTRUTURAS BOTÂNICAS DA ERVA-MATE.....	26
FIGURA 1.2 -	ÁREA DE OCORRÊNCIA DA ERVA-MATE EM PAÍSES DO AMÉRICA SUL.....	28
FIGURA 1.3 -	DIAGRAMA DA PRODUÇÃO DE DIVERSOS PRODUTOS DE ERVA-MATE.....	29
FIGURA 1.4 -	PRODUÇÃO AGRÍCOLA DE ERVA-MATE NO ESTADO DO PARANÁ.....	30
FIGURA 1.5 -	ILUSTRAÇÃO DO PREPARO DO CHIMARRÃO.....	31
TABELA 1.1 -	DESENVOLVIMENTO DE PRODUTOS A BASE DE ERVA-MATE....	33
TABELA 1.2 -	CONCENTRAÇÃO DE CAFEÍNA EM BEBIDAS E ALIMENTOS.....	35
TABELA 1.3 -	FONTES DIETÉTICAS DE COMPOSTOS FENÓLICOS.....	37

### Capítulo 2 COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA ERVA-MATE SOLÚVEL

FIGURA 2.1 -	DIAGRAMA DA PRODUÇÃO DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	52
FIGURA 2.2 -	ESQUEMA DO <i>SPRAY-DRYER</i> E DO FLUXO DE AR DE SECAGEM.....	53
FIGURA 2.3 -	CROMATOGRAMA PARA COMPOSTOS FENÓLICOS.....	56
FIGURA 2.4 -	CROMATOGRAMA PARA METILXANTINAS.....	57
TABELA 2.1 -	GRANULOMETRIA DA ERVA-MATE BENEFICIADA TIPO CHIMARRÃO.....	59
TABELA 2.2 -	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA ERVA-MATE BENEFICIADA TIPO CHIMARRÃO.....	60
TABELA 2.3 -	COMPOSIÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO EXTRATO LÍQUIDO DE ERVA-MATE.....	62



TABELA 2.4 -	RENDIMENTO PARA SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	63
TABELA 2.5 -	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	64
TABELA 2.6 -	COMPOSTOS QUÍMICOS FUNCIONAIS DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	66
TABELA 2.7 -	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	68
TABELA 2.8 -	CONTAGEM MICROBIOLÓGICA EM PRODUTOS DE ERVA-MATE.....	70
FIGURA 2.5 -	PARTÍCULAS DA ERVA-MATE SOLUVEL OBTIDAS POR <i>SPRAY-DRYER</i> .....	70
FIGURA 2.6 -	SUPERFÍCIE DAS PARTÍCULAS DE ERVA-MATE SOLÚVEL.....	71

### **Capítulo 3 EXTRATO ANTIOXIDANTE DE ERVA-MATE**

TABELA 3.1 -	COMPOSTOS FENÓLICOS PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE.....	87
TABELA 3.2 -	ATIVIDADE ANTIOXIANTE PARA EXTRATO DE ERVA-MATE.....	88

### **Capítulo 4 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO EXTRATO DE ERVA-MATE**

TABELA 4.1 -	COMPOSTOS FENÓLICOS PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE.....	102
TABELA 4.2 -	ATIVIDADE ANTIMICROBIANA PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE.....	103
TABELA 4.3 -	CONTROLE POSITIVO COM ANTIBIÓTICOS.....	105

### **Capítulo 5 DESENVOLVIMENTO DE GELATINA FUNCIONAL DE ERVA-MATE**

TABELA 5.1 -	FORMULAÇÕES PADRÃO E FUNCIONAIS PARA SOBREMESA DE GELATINA.....	115
--------------	---	-----

TABELA 5.2 -	PROPRIEDADES COLOIDAIAS PARA SOBREMESA DE GELATINA.....	118
FIGURA 5.1 -	ANÁLISE DE TEXTURA EM DIFERENTES FORMULAÇÕES DE GELATINA.....	119
TABELA 5.3 -	ANÁLISE SENSORIAL E PREFERÊNCIA PARA SOBREMESA DE GELATINA.....	120
TABELA 5.4 -	COMPOSIÇÃO QUÍMICA PARA SOBREMESAS DE GELATINA.....	121

## **Capítulo 6 MICROENCAPSULAÇÃO DE ERVA-MATE**

TABELA 6.1 -	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL SIMPLEX-CENTROIDE.....	134
TABELA 6.2 -	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AGENTES ENCAPSULANTES.....	134
TABELA 6.3 -	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE.....	138
TABELA 6.4 -	COMPOSTOS FENÓLICOS E CAFEÍNA PARA MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE.....	140
TABELA 6.5 -	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE.....	141
FIGURA 6.1 -	DIAGRAMA TRIANGULAR RELATIVO AO ATRIBUTO SOLUBILIDADE.....	144
FIGURA 6.2 -	DIAGRAMA TRIANGULAR RELATIVO AO ATRIBUTO HIGROSCOPICIDADE.....	146
FIGURA 6.3 -	CARACTERÍSTICA MACROSCÓPICA DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE.....	147
FIGURA 6.4 -	MORFOLOGIA DAS PARTICULAS DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE (300X).....	148
FIGURA 6.5 -	MORFOLOGIA DAS PARTICULAS DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE (1000X).....	148
FIGURA 6.6 -	MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM GOMA ACÁCIA.....	149
FIGURA 6.7 -	MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM GELATINA.....	150

FIGURA 6.8 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM MALTODEXTRINA.....	150
FIGURA 6.9 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA E GELATINA.....	151
FIGURA 6.10 MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA E MALTODEXTRINA.....	151
FIGURA 6.11 MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GELATINA E MALTODEXTRINA.....	152
FIGURA 6.12 MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA, GELATINA E MALTODEXTRINA.....	153

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Aw	Atividade de Água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AOAC	<i>Association of Official Analytical Chemistry</i>
APHA	<i>American Public Health Association</i>
AR	Argentina
BPF	Boas Práticas de Fabricação
CLAE	Cromatografia Líquida de Alta Eficiência
DERAL	Departamento de Economia Rural
DPPH	1,1-difenil-2-picril-hidrazil
ERO	Espécies Reativas de Oxigênio
FAO	<i>Food and Agriculture Organization</i>
FDA	<i>Food and Drug Administration</i>
g	Grama
GRAS	<i>Generally Recognized as Safe</i>
IAL	Instituto Adolfo Lutz
IDA	Ingestão Diária Aceitável
kcal	Quilocaloria
MS	Mato Grosso do Sul
mcg	Micrograma
mg	Miligrama
mL	Mililitro
nd	Não detectado
NMP	Numero Mais Provável
PR	Paraná
PY	Paraguai
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada
RJ	Rio de Janeiro
RS	Rio Grande do Sul
SEAB	Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento
SC	Santa Catarina
SD	<i>Standard Deviation</i>
SP	São Paulo
TECPAR	Instituto de Tecnologia do Paraná
UFC	Unidade Formadora de Colônia
UFPR	Universidade Federal do Paraná
UR	Umidade Relativa
UV	Ultravioleta
WHO	<i>World Health Organization</i>

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO GERAL</b> .....	19
1.1 OBJETIVO GERAL .....	20
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	20
1.3 JUSTIFICATIVA .....	21
 <b>CAPÍTULO 1 A ERVA-MATE</b> .....	22
<b>RESUMO</b> .....	23
<b>RÉSUMÉ</b> .....	23
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	24
1.1 A ERVA-MATE .....	24
1.1.1 Histórico .....	24
1.1.2 Classificação científica .....	25
1.1.3 Classificação botânica oficial.....	25
1.1.4 Denominação européia .....	25
1.1.5 Aspectos botânicos da erva-mate .....	25
1.1.6 Origem e distribuição geográfica.....	27
1.1.7 Processamento agroindustrial .....	28
1.1.8 Importância econômica .....	30
1.2 PRODUTOS DA ERVA-MATE .....	31
1.2.1 Produtos convencionais .....	31
1.2.2 Produtos alternativos e inovações.....	32
1.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	34
1.3.1 Cafeína.....	34
1.3.1.1 Propriedades funcionais .....	35
1.3.1.2 Precauções de uso.....	36
1.3.2 Compostos fenólicos .....	37
1.3.2.1 Propriedades funcionais .....	38
1.3.2.2 Propriedades tecnológicas .....	39
<b>2 CONSIDERAÇÕES</b> .....	41
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	42

<b>CAPITULO 2 COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA ERVA-MATE SOLÚVEL .....</b>	<b>47</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>48</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>49</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>50</b>
<b>2 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>52</b>
2.1 PREPARO DA ERVA-MATE SOLÚVEL.....	52
2.1.1 Matéria-prima vegetal.....	52
2.1.2 Extração de sólidos solúveis .....	53
2.1.3 Secagem em <i>spray-dryer</i> .....	53
2.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS .....	54
2.2.1 Determinação granulométrica .....	54
2.2.2 Determinação de atividade de água.....	54
2.2.3 Determinação da higroscopicidade .....	54
2.2.4 Determinação da solubilidade .....	55
2.2.5 Determinação de compostos fenólicos totais .....	55
2.2.6 Determinação de compostos fenólicos por CLAE .....	56
2.2.7 Determinação de metilxantinas .....	57
2.3 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS.....	58
2.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	58
2.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	58
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>59</b>
3.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA VEGETAL.....	59
3.1.1 Granulometria.....	59
3.1.2 Composição química.....	60
3.2 CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO .....	61
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA ERVA-MATE SOLÚVEL .....	62
3.3.1 Rendimento da secagem.....	62
3.3.2 Composição química.....	64
3.3.3 Compostos funcionais .....	66
3.3.4 Propriedades tecnológicas .....	67
3.3.5 Microbiologia .....	69
3.3.6 Morfologia e microestruturas .....	70
<b>4 CONCLUSÕES .....</b>	<b>73</b>

<b>REFERÊNCIAS</b> .....	74
<b>CAPITULO 3 EXTRATO ANTIOXIDANTE DE ERVA-MATE</b> .....	79
<b>RESUMO</b> .....	80
<b>ABSTRACT</b> .....	81
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	82
<b>2 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	84
2.1 PREPARO DO EXTRATO DE ERVA-MATE.....	84
2.1.1 Matéria-prima vegetal.....	84
2.1.2 Processo de extração e secagem .....	84
2.2 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS .....	85
2.2.1 Determinação da atividade antioxidante.....	85
2.2.2 Determinação da atividade CAT- <i>like</i> e SOD- <i>like</i> .....	85
2.2.3 Determinação de compostos fenólicos totais .....	86
2.2.4 Determinação de compostos fenólicos por CLAE .....	86
2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	86
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	87
3.1 COMPOSTOS FENÓLICOS .....	87
3.2 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE .....	88
<b>4 CONCLUSÕES</b> .....	90
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	91
 <b>CAPITULO 4 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO EXTRATO DE ERVA-MATE</b> .....	95
<b>RESUMO</b> .....	96
<b>ABSTRACT</b> .....	97
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	98
<b>2 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	99
2.1 PREPARO DO EXTRATO DE ERVA-MATE.....	99
2.1.1 Matéria-prima vegetal.....	99
2.1.2 Processo de extração e secagem .....	100
2.2 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA.....	100
2.3 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS .....	101
2.3.1 Determinação de compostos fenólicos totais .....	101
2.3.2 Determinação de compostos fenólicos por CLAE .....	101

2.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	101
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>102</b>
3.1 COMPOSTOS FENÓLICOS .....	102
3.2 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA.....	103
<b>4 CONCLUSÕES .....</b>	<b>105</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>106</b>

## **CAPITULO 5 DESENVOLVIMENTO DE GELATINA FUNCIONAL DE ERVA-MATE**109

<b>RESUMO.....</b>	<b>110</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>111</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>112</b>
<b>2 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>113</b>
2.1 PREPARO DO EXTRATO DE ERVA-MATE.....	113
2.1.1 Matéria-prima vegetal.....	113
2.1.2 Processo de extração e secagem .....	113
2.2 FORMULAÇÕES.....	114
2.2.1 Ingredientes.....	114
2.2.2 Composição das formulações .....	114
2.2.3 Modo de preparo .....	115
2.3 DETERMINAÇÃO DA TEXTURA INSTRUMENTAL .....	115
2.4 ANÁLISE SENSORIAL.....	116
2.5 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS .....	116
2.5.1 Determinação de compostos fenólicos.....	116
2.5.2 Determinação de cafeína .....	116
2.5.3 Determinação da composição centesimal .....	117
2.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	117
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>118</b>
3.1 TEXTURA INSTRUMENTAL.....	118
3.2 ANÁLISE SENSORIAL.....	120
3.3 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL.....	121
<b>4 CONCLUSÕES .....</b>	<b>122</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>123</b>



<b>CAPITULO 6 MICROENCAPSULAÇÃO DE ERVA-MATE</b> .....	125
<b>RESUMO</b> .....	126
<b>ABSTRACT</b> .....	127
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	128
1.1 MICROENCAPSULAÇÃO .....	128
1.2 AGENTE ENCAPSULANTE.....	128
1.2.1 Goma acácia .....	129
1.2.2 Maltodextrina.....	130
1.2.3 Gelatina .....	131
1.3 PROCESSO DE MICROENCAPSULAÇÃO.....	132
1.4 OBJETIVO GERAL .....	132
<b>2 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	133
2.1 PROCESSAMENTO DAS MICROCAPSULAS .....	133
2.1.1 Erva-mate.....	133
2.1.2 Preparo do extrato líquido .....	133
2.1.3 Hidrocolóides encapsulantes.....	133
2.1.4 Secagem em <i>spray-dryer</i> .....	134
2.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS .....	135
2.2.1 Determinação de sólidos solúveis e pH.....	135
2.2.2 Determinação da composição química.....	135
2.2.3 Determinação de compostos fenólicos por CLAE .....	135
2.2.4 Determinação de metilxantinas .....	136
2.2.5 Determinação da atividade de água.....	136
2.2.6 Determinação da higroscopicidade .....	136
2.2.7 Determinação da solubilidade .....	137
2.2.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	137
2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	137
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	138
3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	138
3.2 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS .....	141
3.2.1 Umidade e atividade de água.....	142
3.2.2 Densidade .....	143
3.2.3 Solubilidade.....	143

3.2.4 Higroscopicidade .....	145
3.3 MORFOLOGIA .....	147
3.3.1 Microestrutura do extrato puro de erva-mate .....	147
3.3.2 Microestrutura das microcápsulas de erva-mate .....	149
<b>4 CONCLUSÕES .....</b>	<b>154</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>155</b>
<b>CONCLUSÕES GERAIS .....</b>	<b>160</b>

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

A erva-mate (*Ilex paguariensis* A. St.-Hil.) tem sua origem na América do Sul e seu cultivo é conhecido por silvicultura. A área de ocorrência natural em território sul-americano ocupa uma região de 540.000 km<sup>2</sup> entre o noroeste Argentino, o leste do Paraguai e sul do Brasil. A exploração da erva-mate está baseada no uso das folhas e ramos que colhidos e processados dão origem a diferentes produtos. O chimarrão e o chá mate são as bebidas típicas mais consumidas em países do MERCOSUL (ROTTA; OLIVEIRA, 2005).

Os estados brasileiros do Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul são os maiores produtores e consumidores dessa espécie vegetal. O consumo da erva-mate como bebida quente está vinculado às tradições e hábitos culturais presentes na região sul do país. O desenvolvimento tecnológico de novos produtos e processos, bem como a expansão do mercado consumidor, tanto interno quanto externo, é de relevante importância para diversificação do público alvo e ampliação da distribuição geográfica de produtos com erva-mate. Dessa forma, a valorização dessa atividade agrícola causa um aumento expressivo na geração de emprego e renda para toda cadeia produtiva da erva-mate.

As folhas da erva-mate apresentam substâncias químicas funcionais, como a cafeína e os compostos fenólicos, que permitem ampliar o seu uso industrial em diversos produtos, além do tradicional chimarrão. Podem ser citadas aplicações para a erva-mate na produção de medicamentos, perfumes, cosméticos, produtos de higiene e no desenvolvimento de novos alimentos e ingredientes. A pesquisa e o desenvolvimento científico devem explorar alternativas inovadoras, intensas e permanentes para o seguimento erva-mate (LEPREVOST, 1987).

Dessa forma, o produto erva-mate que já é citado na literatura como sendo uma bebida de sabor agradável e com fácil aceitação, pode dar origem a novos produtos com atributos e benefícios para uma alimentação saudável e ser reconhecido como um alimento funcional. Nesse contexto, considerando a produção agrícola de erva-mate e o potencial para processamento de novos produtos de valor agregado, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver, caracterizar e qualificar a erva-mate solúvel.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver, caracterizar e qualificar por meio de determinações físicas, químicas e microbiológicas a erva-mate solúvel obtida por secagem em *spray-dryer*.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir a erva-mate solúvel por *spray-dryer*;
- Determinar a composição química;
- Caracterizar os atributos tecnológicos;
- Determinar a qualidade microbiológica;
- Determinar o conteúdo de compostos fenólicos e metilxantinas;
- Determinar a atividade antioxidante (DPPH, CAT-like, SOD-like);
- Determinar a atividade antimicrobiana;
- Desenvolver formulações com gelatina utilizando o extrato puro de erva-mate;
- Determinar a textura instrumental das formulações desenvolvidas;
- Analisar sensorialmente as formulações desenvolvidas;
- Microencapsular o extrato puro de erva-mate utilizando diferentes hidrocoloides (goma acácia, gelatina e maltodextrina) como agentes encapsulantes;
- Caracterizar as microcápsulas de erva-mate por microscopia eletrônica de varredura;
- Determinar a solubilidade e a higroscopicidade da erva-mate microencapsulada;

## 2.3 JUSTIFICATIVA

O desenvolvimento tecnológico de produtos derivados de plantas tem utilizado sistemas de secagem para transformação de extratos líquidos em produtos secos. Entre os métodos de secagem empregados, a técnica de *spray-drying* (atomização) é amplamente utilizada pela indústria cosmética, farmacêutica, alimentícia e química. O objetivo da utilização desse método de secagem é a obtenção de produtos com maior concentração de compostos químicos e melhores características tecnológicas. Os produtos secos atomizados apresentam homogeneidade na distribuição dos constituintes químicos, maior estabilidade química, facilidade de manipulação e a utilização como produto intermediário (ingrediente) na elaboração de novos produtos alimentícios (LIST; SCHMIDT, 1989; GAUDY, 1991).

A obtenção de novos produtos derivados da erva-mate estimula a atividade agrícola ervateira, aumentando a demanda pelo produto e também a rentabilidade para toda a cadeia produtiva da erva-mate. O experimento em escala industrial permite simular e otimizar o processo de fabricação, padronizando as etapas de processamento do produto obtido pela tecnologia de *spray-drying*. Dessa forma, os dados obtidos neste trabalho servem de apoio e suporte para futuras pesquisas com referência ao processamento, composição química e propriedades tecnológicas da erva-mate solúvel, também conhecida como extrato puro de erva-mate ou erva-mate atomizada.

## **CAPÍTULO 1**

### **A ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.)**

KLEBER BERTÉ, NEUSA RUCKER, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI

Artigo aceito para publicação na Revista *PHYTOTHÉRAPIE*  
ISSN 1624-8597  
Paris, France  
Artigo original em francês.

## **A ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.)**

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, NEUSA A. RUCKER<sup>2</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

2. Secretaria da Agricultura e do Abastecimento do Paraná - SEAB/DERAL, Curitiba, Brasil.

### **RESUMO**

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) é uma árvore da família das Aquifoliáceas. Essa árvore ocupa uma região da América do Sul de aproximadamente 540.000 km<sup>2</sup> situada entre o Brasil, a Argentina e o Paraguai. A planta é utilizada para preparar o mate, uma bebida estimulante e tradicional em diversas regiões da América do Sul. A erva-mate apresenta diversos compostos químicos, como polifenóis, cafeína e flavonoides, que conferem propriedades funcionais, além do sabor característico. As substâncias químicas importantes que estão presentes nas folhas são as metilxantinas, com destaque para cafeína (2,0 a 22 mg/g) e os compostos fenólicos, com evidência para o ácido 5-cafeoilquínico (5,7 a 20,2 mg/g).

**Palavras-chave:** erva-mate, bebida, cafeína

### **RÉSUMÉ**

La yerba maté (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) est un arbre appartient à la famille des Aquifoliacées. Cet arbre pousse dans une région d'Amérique du sud d'environ 540.000 km<sup>2</sup> située entre le Brésil, l'Argentine et le Paraguay. La plante est utilisée pour faire le maté, une boisson stimulante et traditionnelle en Amérique du sud. Les études phytochimiques sur cette plante ont indiqué la présence de divers composés tels que les polyphénols, caféine et flavonols. Le maté a une saveur mûre caractéristique. Les feuilles de maté contiennent de 2,0 à 22 mg/g de caféine et 5,70 à 20,2 mg/g de 5-O-caffeoylquinique (5-CQA). C'est le acide phénolique majoritaire du maté.

**Mots-clés:** yerba maté, boisson, caféine.

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 A ERVA-MATE

#### 1.1.1 Histórico

A história da erva-mate teve sua primeira citação em 1554, com o General Paraguaio Irala e seus soldados quando em expedição às terras do Guairá, hoje estado do Paraná, defrontaram com índios guaranis de espírito hospitaleiro que possuíam hábitos característicos, diferente de outras tribos. O uso de uma bebida feita com folhas fragmentadas da *caá* dentro de um porongo, chamada *caá-i* (água da erva) pelos nativos, era tomada com um canudo de bambu, cuja base possuía um trançado de fibras que impedia a ingestão do pó das folhas quando consumiam a bebida (MARTINS, 1926; LESSA, 1953).

O desejo de saborear aquela bebida nativa fez com que os soldados espanhóis incorporassem o hábito de apreciar a erva-mate, devido ao sabor agradável e a sensação de bem-estar ao organismo. No retorno a Assunção, carregaram junto a erva para consumo e para presentear os amigos, contribuindo para introdução da bebida no costume das colônias europeias. O uso da erva-mate em pouco tempo conquistou todo o Paraguai, chegando até as margens do Rio da Prata, difundindo pela Argentina, Chile, Bolívia e Peru. O comércio da erva-mate contribuiu para o crescimento e enriquecimento do Paraguai, duplicando em tamanho e população a capital Assunção. Da metade do século XVI até 1632, a extração da erva-mate era a atividade econômica mais importante da Província de Guairá, território que abrangia o Paraná (LESSA, 1953; LINHARES, 1969).

Os colonizadores espanhóis no primeiro contato com a bebida não imaginaram que ela seria originária de uma árvore, pois os índios tinham apresentado a erva-mate de forma fragmentada e moída, razão pela qual foi chamada de erva do Paraguai pelos hispânicos, por acreditarem que as folhas eram de uma erva, uma planta de pequeno porte ou arbusto. Dessa forma, tal engano levou a utilizar o termo erva para denominar aquela planta (LINHARES, 1969).



### 1.1.2 Classificação científica

Reino: Plantae

Divisão: Magnoliophyta (angiospermae)

Classe: Magnoliopsida (dicotyledonae)

Ordem: Celastrales

Família: Aquifoliaceae

Gênero: *Ilex*

Espécie: *paraguariensis*

### 1.1.3 Classificação botânica oficial

Nome científico: *Ilex paraguariensis* A.St.-Hil. (Mém. Mus. Hist. Nat. 9: 351. 1822)

### 1.1.4 Denominação europeia

Português: erva-mate, mate

Francês: yerba maté, maté, thé du Brésil, thé des Jésuites

Espanhol: yerba mate, té de los jesuitas

Inglês: mate, brazilian tea, paraguay tea

Alemão: mateteestrauch

### 1.1.5 Aspectos botânicos da erva-mate

O naturalista francês Auguste de Saint-Hilaire (A. St.-Hil. (abreviatura oficial)) fez a primeira descrição em 1822 e publicou nas *Mémoires du Muséum d'Histoire Naturelle*, Paris – France (SAINT-HILAIRE, 1822). As observações de Saint-Hilaire descreviam uma árvore perene com muitos ramos e folhas, porte relativamente desenvolvido e contornos que lembravam os ciprestes (LESSA, 1953). As folhas de aparência coriácea apresentam cor verde-escura na

face ventral e verde-clara na dorsal quando frescas não possuem odor, mas apresentam um sabor herbáceo e amargo. Quando preparada para o consumo espalha um leve odor que lembra o aroma do chá suíço (LINHARES, 1969).

A árvore em seu habitat natural pode atingir 15 metros de altura, mas em cultivo (plantação) devido às podas o seu tamanho não excede os sete metros (MAZUCHOWSKI, 1989). Essa árvore de porte vertical e de copa arredondada é uma planta dióica, com tronco de 20 a 25 cm de diâmetro e com casca lisa de cor cinza. As folhas são persistentes, simples, alternas, ovaladas a elípticas, grossas, coriáceas, brilhantes com coloração verde escuro na parte superior e verde mais claro no verso. Elas têm de 5 a 8 cm de comprimento e de 4 a 5 cm de largura. As bordas das folhas são serrilhadas, mas sem espinhos, com serrilhas pouco profundas e distantes, conforme Figura 1.1 (REITZ; KLEIN; REIS, 1978).



FIGURA 1.1 - ESTRUTURAS BOTÂNICAS DA ERVA-MATE.

FONTE: Thomas Schöepke. Institut für Pharmazie. Universität Greifswald (2011).

As flores brancas esverdeadas florescem todo ano entre a primavera e o verão brasileiro (de outubro a dezembro em seu habitat de origem). As flores são inseridas na axila das folhas na parte terminal dos galhos, cachos de pequenas flores unissexuais com corola formada por quatro pétalas arredondadas e quatro estames. A erva-mate produz pequenos frutos com tamanho e aparência que lembram as sementes de cassis. Os frutos são pequenas drupas de 4 a 6 mm, ovóides carnudas com uma coloração vermelho violácea ou preto violáceo. Cada fruto contém quatro sementes que podem dar origem a novas árvores (REITZ; EDWIN, 1967; WINGE et al., 1995).

#### 1.1.6 Origem e distribuição geográfica

A palavra mate tem origem indígena no termo *matí* que significa cuia, porongo ou cabaça, que é o recipiente utilizado para acondicionar as folhas secas da erva-mate e beber a infusão preparada com água quente. Essa bebida consumida em cuias é conhecida em países da América do Sul pelo nome de chimarrão (SOUZA, 1947; LINHARES, 1969). O consumo do mate, principalmente sob a forma de chimarrão, tornou-se um hábito alimentar e cultural, com importante papel social para caracterização da região sul do Brasil e alguns países sul-americanos. A bebida é compartilhada entre os amigos e vizinhos em diversos momentos do dia (MACCARI JUNIOR, 2005).

A erva-mate é um produto de origem florestal não madeirável, com cultivo denominado de silvicultura. O gênero *Ilex* apresenta 450 espécies de plantas distribuídas em regiões tropicais (Ásia e América do Sul) e outras são oriundas de zonas temperadas (ALIKARIDIS, 1987; SPICHIGER et al., 2004). A região de ocorrência natural da erva-mate, apresentada na Figura 1.2, ocupa uma área da América do Sul de aproximadamente 540.000 km<sup>2</sup>, situada entre o noroeste Argentino, o leste do Paraguai e sul do Brasil (ROTTA; OLIVEIRA, 2005). A zona ervateira brasileira com produção agroindustrial está localizada nos estados produtores: Paraná, Santa Catarina, Rio Grande do Sul e parte do Mato Grosso do Sul, com safra no período de maio a agosto (COSTA, 1995; MACCARI JUNIOR, 2000).

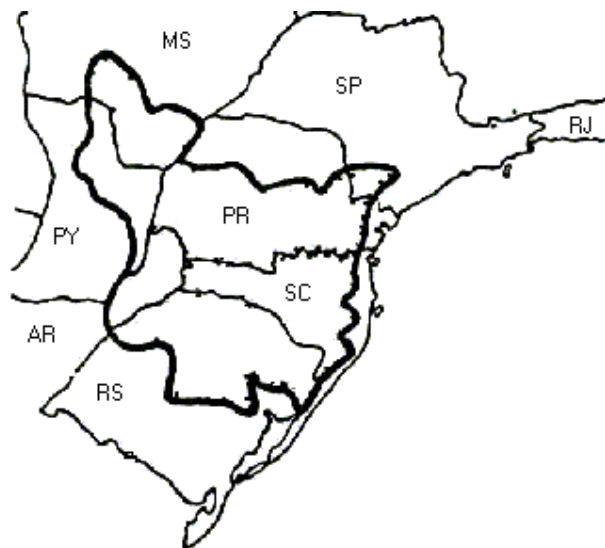


FIGURA 1.2 - ÁREA DE OCORRÊNCIA DA ERVA-MATE EM PAÍSES DA AMÉRICA DO SUL

FONTE: Adaptado de ROTTA e OLIVEIRA (2005).

A erva-mate é uma árvore de crescimento lento e para se desenvolver precisa de temperaturas entre 17 a 21°C (média anual). As árvores mais velhas podem suportar temperaturas inferiores. As chuvas regulares contribuem para a umidade do ar e do solo, é um elemento importante para o desenvolvimento dessa planta. O solo deve ser permeável e bem drenado, sem o acúmulo de água. Os solos profundos, argilosos e arenosos são adequados para o crescimento da erva-mate (MACCARI JUNIOR, 2000; ROTTA; OLIVEIRA, 2005).

#### 1.1.7 Processamento agroindustrial

A exploração da erva-mate está baseada no uso das folhas e ramos que colhidos e processados dão origem a diferentes produtos. As folhas e ramos selecionados são submetidos ao branqueamento térmico (sapeco) para inativação de enzimas, seguido da secagem, trituração e tamisação. Essas duas últimas etapas permitem obter uma erva-mate com granulometria padronizada e seguir para etapa de moagem. A intensidade e o tipo de moagem utilizado resultam em produtos com diferentes formas de consumo (VALDUGA; FINGER; MOSELE, 2003; MACCARI

JUNIOR, 2005). A Figura 1.3 apresenta de forma sistematizada o processamento de diversos produtos de erva-mate.

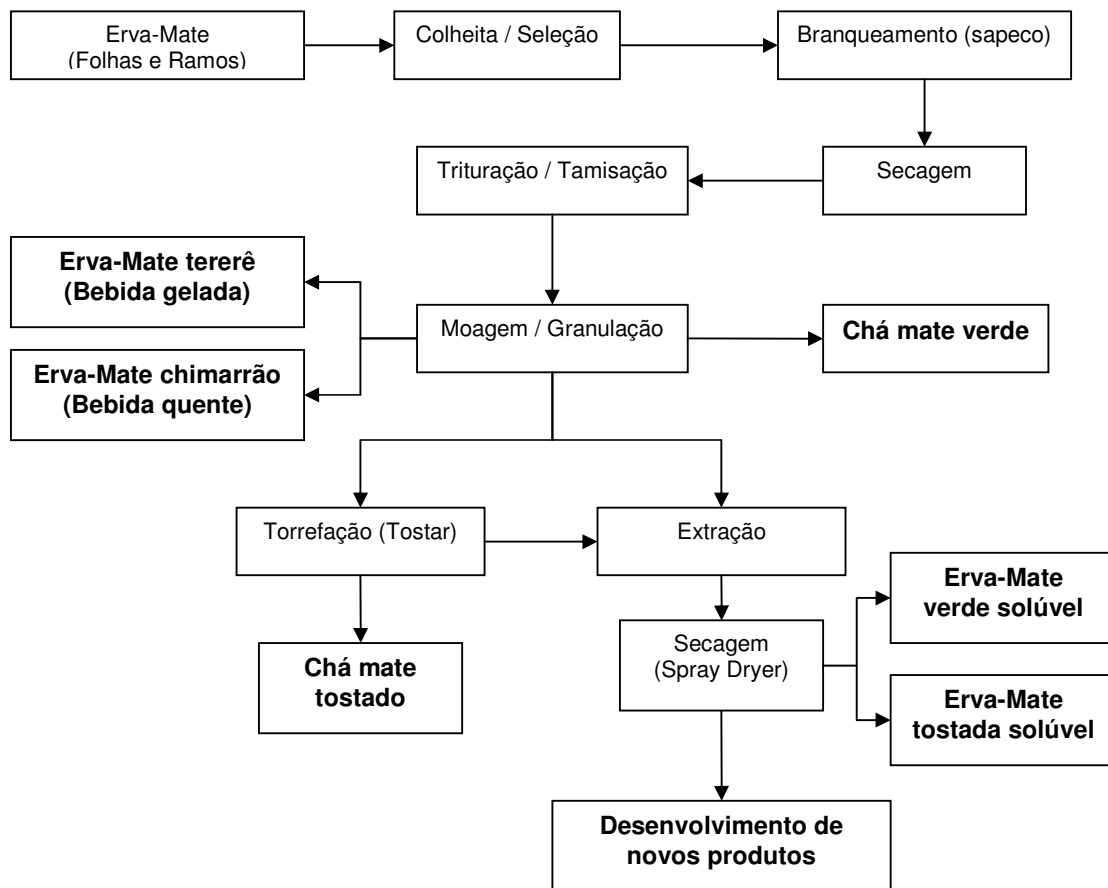


FIGURA 1.3 - DIAGRAMA DA PRODUÇÃO DE DIVERSOS PRODUTOS DE ERVA-MATE.

FONTE: O autor (2011).

O processo agroindustrial do produto erva-mate verde está estruturado no sistema de cancheamento e beneficiamento durante o período de safra (maio a agosto). Os ramos folhosos são submetidos ao sapeco em forno rotativo com temperaturas entre 400 e 460 °C. As folhas são expostas durante 20 a 30 segundos ao fogo direto, com perdas de até 72% de umidade. Após essa primeira etapa, os ramos folhosos são submetidos à etapa de secagem durante 3 horas à temperatura média de 100 °C. As folhas são separadas dos ramos e trituradas para obter o mate cancheado que posteriormente poder ser submetido ao processo de moagem para obtenção da erva-mate para chimarrão, entre outros produtos (VALDUGA; FINGER; MOSELE, 2003).

A torrefação (tosta) da erva-mate é feita com calor indireto semelhante ao processo do café, com o aumento da temperatura ocorre redução da umidade, desenvolvimento de aroma característico da bebida e alteração da cor verde das folhas para marrom, obtendo assim o chá mate tostado (LEPREVOST, 1987). O mate tostado pode ser submetido à extração dos sólidos solúveis com água quente e segue para secagem em *spray-dryer* onde é obtido o mate tostado solúvel. A extração dos sólidos solúveis a partir da erva-mate verde triturada e tamisada permite obter o mate verde solúvel produto não disponível no mercado.

### 1.1.8 Importância econômica

O cultivo da erva-mate é uma atividade agrícola que abrange cerca de 180.000 propriedades rurais nos estados do Paraná, Rio Grande do Sul, Santa Catarina e Mato Grosso do Sul. A exploração da erva-mate ocorre em sua grande maioria em propriedades de pequeno e médio porte, apresentando grande importância social e econômica. As 180 mil propriedades rurais envolvem 596 municípios e podem ser gerados aproximadamente 710 mil empregos diretos. Essa atividade agrícola apresenta expressiva geração de emprego e renda para toda cadeia produtiva, principalmente nos meses de maio a agosto (MACCARI JUNIOR, 2000; MACCARI JUNIOR, 2005).

De acordo com a Secretaria da Agricultura e do Abastecimento do Estado do Paraná – SEAB, em 2009, a produção agrícola de erva-mate verde foi de 290 mil toneladas, conforme apresentado na Figura 1.4.

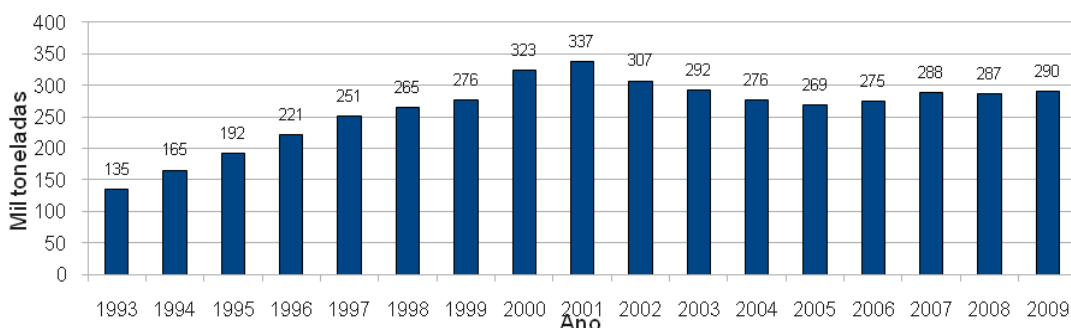


FIGURA 1.4 - PRODUÇÃO AGRÍCOLA DE ERVA-MATE NO ESTADO DO PARANÁ.

FONTE: ALMEIDA-RUCKER (2011)

A retrospectiva histórica (1993 a 2009) da produção agrícola de erva-mate no Paraná confirma a tendência de períodos com relativa estabilidade de crescimento na produção ervateira, com exceção do período compreendido entre 1998 e 2001. O período entre as safras de 2002 e 2005 ocorreu um declínio na produção, porém a partir de 2006 houve um crescimento gradual no volume ofertado de erva-mate folha verde (ALMEIDA-RUCKER et al., 2011).

## 1.2 PRODUTOS DA ERVA-MATE

### 1.2.1 Produtos convencionais

As folhas da erva-mate são utilizadas na fabricação de bebidas típicas como o chimarrão, chá mate e tererê. A forma mais difundida e saboreada em países do Cone Sul é o chimarrão (infusão de água quente com erva-mate beneficiada) preparado em recipientes típicos, Figura 1.5. O chá mate e o chimarrão são as principais formas de consumo, absorvendo mais de 80% da erva-mate colhida (RUCKER, 1997; MACCARI JUNIOR, 2005).

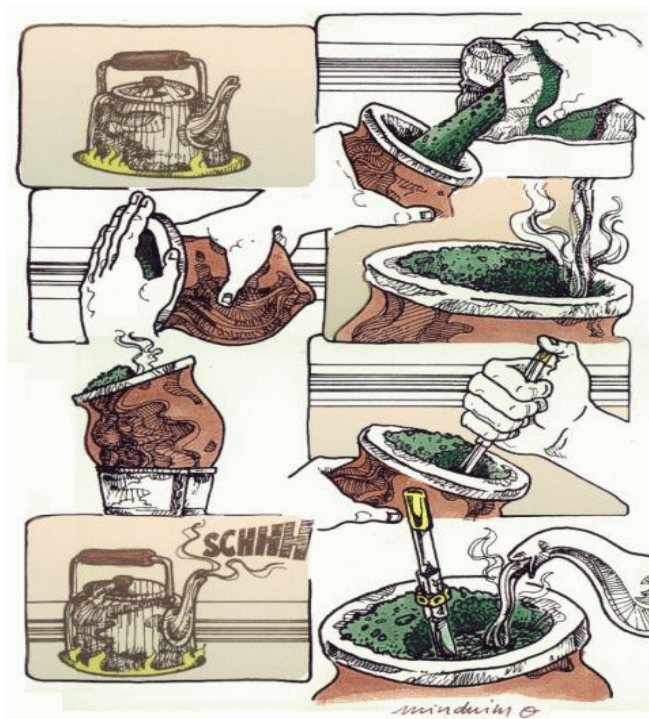


FIGURA 1.5 - ILUSTRAÇÃO DO PREPARO DO CHIMARRÃO.

FONTE: Luiz Minduim (2011). ([http://www.chimarrao.com/como\\_preparar\\_chimarrao.html](http://www.chimarrao.com/como_preparar_chimarrao.html))

O chimarrão é preparado na cuia de porongo, um recipiente tradicional de consumo do produto, conforme ilustração da Figura 1.5. A erva-mate beneficiada ocupa 2/3 da capacidade da cuia e a infusão com água quente é sorvida com auxílio de uma bomba de metal. O consumo do chimarrão faz parte do hábito alimentar e cultural, característicos dos estados do sul do Brasil. Os primeiros relatos do uso da bebida descrevem efeitos funcionais, como o combate da sede, fome e fadiga (RUCKER, 1997; ANUÁRIO BRASILEIRO DE ERVA-MATE, 1999).

Para o consumidor, o chá é uma preparação alimentícia sem aplicação terapêutica obtida por infusão ou decocção. Para o seu preparo, são utilizadas partes vegetais desidratadas com adição de água potável. A bebida por infusão consiste em verter água com temperatura média de 80° C sobre as partes vegetais, deixando em repouso por tempo determinado. O preparo por decocção consiste em mergulhar as partes vegetais em água e aquecer por tempo determinado a uma mesma temperatura (BRASIL, 2005).

### 1.2.2 Produtos alternativos e inovações

Os conceitos envolvendo novos produtos podem apresentar um aspecto mais amplo, envolvendo a inovação na forma de apresentação, tipo de embalagem, modificação de ingredientes e novos sabores, enquanto que em termos mais restritos e específicos, considera que um novo produto é aquele com características inéditas. Quanto maior o grau de inovação de um produto maior será a dificuldade para introduzir no mercado, visto que os consumidores apresentam tendências conservadoras e muitas vezes não estão dispostos a mudar os hábitos de consumo. Quando tais inovações e mudanças são aceitas, a probabilidade de sucesso aumenta consideravelmente, comparado aos produtos com menor grau de diferenciação (NANTES, 2001).

A utilização da erva-mate está relacionada ao consumo do chimarrão, uma bebida restrita a uma parcela da população, tradicionalista e de maior idade, concentrada em alguns estados brasileiros e em países da América do Sul. A bebida consumida na forma gelada, como o tererê e o chá mate, aponta para um



crescimento no consumo do mate, principalmente por consumidores mais jovens e distribuídos em diversas regiões do Brasil (MACCARI JUNIOR, 2005).

A erva-mate pode ser utilizada como ingrediente na indústria alimentícia, cosmética e farmacêutica para o desenvolvimento de novos produtos conforme apresentado na Tabela 1.1. O projeto Plataforma Tecnológica da Erva-mate do Paraná com o apoio do Ministério da Ciência e Tecnologia revelou diversas e potenciais aplicações para erva-mate. Foram encontrados artigos científicos e patentes sobre o tema, revelando o uso da erva-mate tanto no Brasil como em outros países, para inovação tecnológica de produtos (MACCARI JUNIOR, 2000).

TABELA 1.1 - DESENVOLVIMENTO DE PRODUTOS À BASE DE ERVA-MATE.

<b>APLICAÇÃO</b>	<b>APRESENTAÇÃO</b>	<b>PRODUTOS</b>
Alimentos	Bebidas	Chá solúvel, chimarrão, tererê, chá tostado, cerveja, vinho, sucos, bebida láctea, refrigerante, mate com café, bebidas energéticas e funcionais.
	Sobremesas e outros	Gelatinas, sorvetes, cremes, pudins, barras de cereais, balas, goma de mascar, massas alimentícias, pães, biscoitos, chocolates
	Aditivos alimentícios	Aroma, antioxidante, conservante, corante
Cosméticos	Sólido	Pó facial, talcos, maquiagens, sabonetes e sabões
	Líquido	Soluções, loções de beleza, óleos cosméticos, desodorantes, águas perfumadas, odorizantes, xampus
	Semi-sólido	Creme, gel, emulsões, maquiagens, máscaras faciais
Medicamentos	Sólido	Pós, extratos, cápsulas, comprimidos
	Líquido	Tintura, infusão, extrato fluído
	Aditivos farmacêuticos	Antioxidante, corante, antimicrobiano

FONTE: O autor (2011).

A atenção está voltada para alimentos com alegações funcionais e de saúde, incluindo melhoras em funções fisiológicas, redução do risco de doenças e também da presença de nutrientes e não nutrientes. Muitos produtos alimentícios do mercado apresentam alegações funcionais extrapolando o simples fornecimento de nutrientes. Toda função fisiológica, psicológica, metabólica ou celular, que explique a associação entre a ingestão alimentar e efeitos resultantes para a saúde, dá credibilidade a uma alegação funcional e oferece estratégias para o

desenvolvimento de produtos com base em determinado alimento ou ingrediente (AGGETT et al., 2005).

### 1.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Os estudos fitoquímicos com a erva-mate indicam a presença de diferentes grupos químicos, como saponinas, alcaloides, compostos fenólicos e óleo essencial. As folhas também apresentam vitaminas A, C, B1, B2 e B6, magnésio, cálcio, ferro, sódio, cobre, zinco, fósforo, alumínio, manganês e potássio (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996; ALONSO, 1998; HEINRICHS; MALAVOLTA, 2001).

A bebida da erva-mate apresenta um sabor amargo e levemente doce, característicos dessa espécie vegetal. Dos 196 compostos químicos voláteis presentes na erva-mate, 144 estão presentes no chá verde (KAWAKAMI; KOBAYASHI, 1991). A infusão da erva-mate apresenta um sabor menos adstringente que a infusão preparada com o chá verde (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996). A erva-mate é utilizada em preparações herbáceas pela fitoterapia ocidental como estimulante do sistema nervoso central e também por suas propriedades antioxidantes. As substâncias bioativas responsáveis pelos efeitos funcionais no organismo são representadas por diversos grupos químicos como alcaloides (cafeína, teobromina, teofilina) e compostos fenólicos (ácido cafeico, rutina e 5-CQA) (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996; ALONSO, 1998).

#### 1.3.1 Cafeína

A cafeína (1,3,7-trimetilxantina) é um composto orgânico de sabor amargo, sendo o mais importante e abundante xantina da erva-mate. A cafeína é a droga psicoativa mais utilizada no mundo. Esse alcalóide pode ser encontrado naturalmente nas folhas de chá verde, nos grãos de café, cacau, noz de cola, guaraná e nas folhas de erva-mate (SIMOES et al., 2001).

O chá verde preparado a partir das folhas do arbusto da *Camellia sinensis* foi descoberto na China há milhares de anos. O café, a partir do fruto da *Coffea*

*arabica*, foi encontrado pela primeira vez na Etiópia a mais de 1000 anos (século X). As outras fontes de cafeína são as bebidas de cola (extrato de noz de *Cola acuminata*), o cacau e o chocolate (proveniente das sementes da *Theobroma cacao*), as sementes do guaraná (*Paullinia cupana*) e as folhas da erva-mate (ROBERTS; BARONE, 1983; BARONE, 1996; SIMOES et al., 2001).

O conteúdo de cafeína presente em alimentos e bebidas comuns à dieta é apresentado na Tabela 1.2. A quantidade de cafeína nas folhas da erva-mate pode variar e depende de uma série de fatores como o método de cultivo, condições de crescimento e poda, idade da planta, época de colheita, fatores edafoclimáticos, tipo de processamento industrial e os aspectos genéticos e sazonais (MACCARI JUNIOR, 2000; ESMELINDRO et al., 2004).

TABELA 1.2 - CONCENTRAÇÃO DE CAFEÍNA EM BEBIDAS E ALIMENTOS

PRODUTOS	QUANTIDADE	REFERENCIAS
Erva-mate (folhas)	5 a 22 mg/g	Alonso, 1998
Erva-mate chimarrão	3,13 a 9,49 mg/g	Santos et al., 2003
Mate tostado solúvel	9,45 mg/g	Brenelli, 2003
Café torrado e moido (pó)	10 a 30 mg/g	Simões et al., 2001
Café instantâneo (pó)	16 a 32 mg/g	Nogueira et al., 2003
Café torrado e moído (filtrado)	179 mg / 237 ml	Harland, 2000
Guaraná (sementes)	25 a 50 mg/g	Simões et al., 2001
Cacao (sementes)	3,00 mg/g	Simões et al., 2001
Chocolate ao leite (tablete)	6,00 mg / 28g	Barone, 1996
Chá verde (folhas)	20 a 40 mg/g	Simões et al., 2001
Chá verde (bebida)	30 mg / 237 ml	Harland, 2000
Noz de cola (sementes)	11 a 26 mg/g	Ghedira, 2009
Bebida de cola (1 lata)	46 mg / 355 ml	Harland, 2000

FONTE: O autor (2011).

#### 1.3.1.1 Propriedades funcionais

A cafeína tem o efeito de estimular o sistema nervoso central e o sistema cardiovascular. Assim, melhora os tempos de reação e vigilância. A cafeína melhora também a sensação de bem-estar, bom humor e sociabilidade (SIMOES et al., 2001). Com base na utilização tradicional da erva-mate, bem como estudos *in vitro* e

*in vivo*, a *Commission E* na Alemanha reconheceu em 1988 o uso medicinal do mate para combater a fadiga física e mental (WICHTL, 1994; BLUMENTHAL, 1998).

Para obter um efeito significativo sob a vigilância e performance cognitiva, é necessária uma dose de 60 mg de cafeína (princípio ativo da erva-mate), para uma ação que pode durar algumas horas. Entretanto, a maioria dos consumidores de cafeína precisa de doses mais elevadas, 200 e 400 mg, devido à tolerância desenvolvida pelo uso habitual. Uma xícara (150 mL) de chá mate pode apresentar entre 70 e 90 mg de cafeína, quantidade um pouco maior que uma xícara de chá verde (*Camelia sinensis*) e um pouco menor que uma xícara de café (*Coffea arabica*) (SIMOES et al., 2001).

A cafeína presente na erva-mate estimula o sistema nervoso central, reduzindo a sensação de sonolência e aumentando a atenção. As experiências quotidianas demonstradas por meio de ensaios clínicos não deixam dúvidas do efeito desse alcalóide em contribuir efetivamente para melhorar o estado de alerta cognitivo (SANTÉ CANADA, 2010).

#### 1.3.1.2 Precauções de uso

A cafeína não é recomendada para pessoas que sofrem de doenças cardíacas, insônia, ansiedade, úlceras no estômago ou duodeno e pressão arterial elevada. Não há evidências suficientes para comprovar a segurança de uso da cafeína em crianças, mulheres grávidas e lactantes (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996; ALONSO, 1998). A dose máxima diária de cafeína definida pelo Ministério da Saúde do Canadá para as crianças é de 2,5 mg/kg de peso corporal, mulheres grávidas é de 300 mg e para adultos 400 mg (SANTÉ CANADA, 2010).

A cafeína pode causar insônia, nervosismo, inquietação e irritação gástrica. Ingerida em grandes quantidades, a cafeína pode causar náuseas, vômito, hipertensão, palpitações, arritmia cardíaca, respiração rápida, câibras musculares e dores de cabeça (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996; ALONSO, 1998; SIMÕES et al., 2001).

As doses tóxicas de cafeína causam agitação, boca seca, mialgias, agitação das pernas, náuseas, vômitos e arritmias cardíacas. A dose letal para adultos foi

determinada com intervalo entre 5 e 10 g, mas toxicidade grave pode resultar da ingestão de apenas 1 g (SAWYNOK, 1995).

### 1.3.2 Compostos fenólicos

Os compostos fenólicos ou polifenóis formam uma das principais classes de metabólitos secundários de plantas alimentícias e apresentam uma grande variedade de estruturas e funções (ROSS; KASUM, 2002). Os polifenóis estão presentes em frutas (uva, maçã e pitanga), legumes (feijão e soja), hortaliças (cebola e pimentão), café, vinho, chá verde, chocolate e na erva-mate. Dentre os compostos fenólicos presentes nos alimentos, são encontrados: ácidos fenólicos, cumarinas, ligninas, taninos, flavonoides e fazendo parte de alcaloides e terpenoides (SGARBIERI; PACHECO, 1999; SIMÕES et al., 2001). Algumas fontes dietéticas de compostos antioxidantes são apresentadas na Tabela 1.3.

TABELA 1.3 - FONTES DIETÉTICAS DE COMPOSTOS FENÓLICOS

COMPOSTOS FENÓLICOS	ALIMENTOS
Flavonóides	Hortaliças, vinho, frutas, chá, erva-mate
Ácidos cinâmicos e derivados	Café, frutas, chá
Cumarinas	Óleo de oliva, cereais, especiarias
Ácidos fenólicos e taninos	Chá, café, vinho e erva-mate

Fonte: Adaptado de MARTINEZ-VALVERDE, PERIAGO e ROS (2000).

Os grupos químicos presentes no chá mate (*Ilex paraguariensis*) diferem significativamente do chá verde (*Camelia sinensis*). A erva-mate contém flavonoides e altas concentrações de ácidos fenólicos e não contém as catequinas que estão presentes no chá verde (CHANDRA; MEJIA, 2004). A infusão de erva-mate é uma das bebidas que apresenta quantidades significativas de compostos fenólicos de interesse nutricional, como flavonoides, ácidos fenólicos e taninos (SIMÕES et al., 2001; BASTOS et al., 2006). A suplementação da dieta com frutas, legumes e bebidas preparadas com erva-mate é benéfica para a saúde, pois esses alimentos apresentam fitoquímicos funcionais e responsáveis por proteger o organismo contra os danos oxidativos gerados pelos radicais livres (SCHINELLA et al., 2000).

O ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA) é um derivado do ácido hidroxicinâmico, assim como o ácido cafeico, e podem ser denominados de ácidos clorogênicos. Esses ácidos podem ser encontrados em hortaliças comuns como a cenoura e a batata, mas particularmente presente na bebida e nas folhas da erva-mate. O 5-CQA é o ácido fenólico majoritário da erva-mate, com quantidades que podem variar de 5,70 a 20,2 mg/g (CLIFFORD, 1990; ALONSO, 1998).

#### 1.3.2.1 Propriedades funcionais

Os antioxidantes, do ponto de vista biológico, podem ser definidos como substâncias responsáveis pela inibição e redução das lesões causadas pelos radicais livres (PRIOR; CAO, 1999). Protegem sistemas biológicos contra os efeitos potencialmente danosos de reações que promovam a oxidação de macromoléculas ou estruturas celulares, sendo a capacidade antioxidante definida como a habilidade de um composto em reduzir espécies pró-oxidantes ou reativas de significância patológica (ABDALLA, 2000; CAMOUGRAND; RIGOULET, 2001).

Os compostos fenólicos apresentam grande interesse nutricional por sua contribuição na manutenção da saúde humana. Estudos têm demonstrado que outros compostos antioxidantes, além dos bem conhecidos  $\beta$ -caroteno, vitamina C e vitamina E, têm contribuído para a total capacidade antioxidante dos vegetais. Assim, muitas propriedades funcionais estão descritas para os alimentos de origem vegetal, como frutos, folhas e sementes, por correlacionar o conteúdo de compostos fenólicos às propriedades antioxidantes (MANACH et al., 2004; SCALBERT; JOHNSON; SALTMARSH, 2005). Os japoneses estimam que o consumo diário de sete xícaras de chá é capaz de reduzir o risco de doenças cardiovasculares. Os benefícios do chá para a redução dos níveis de colesterol no soro e da pressão sanguínea sistólica são reportados em estudos epidemiológicos no Japão e Noruega (VINSON; DABBAGH, 1998).

Os compostos fenólicos presentes na erva-mate são absorvidos pelo organismo e apresentam propriedades antioxidantes (GUGLIUCCI, 1996; BASTOS et al., 2005). O consumo regular de substâncias bioativas com atividade antioxidante capazes de combater radicais livres pode reduzir o risco de doenças crônicas e

degenerativas (GUGLIUCCI, 1996; CHENG et al., 2001). É importante ressaltar que esses efeitos benéficos dos compostos fenólicos são observados em concentrações baixas, usualmente consumidas por humanos (SGARBIERI; PACHECO, 1999).

Gugliucci; Stahl (1995) analisaram o efeito da infusão de erva-mate (extrato aquoso) e constataram que essa bebida apresentava uma potente atividade antioxidante, maior do que a propriedade do ácido ascórbico (vitamina C) ou do hidroxibutiltolueno (BHT), para reduzir a oxidação das lipoproteínas de baixa densidade (LDL) tanto *in vitro* como *in vivo*.

Filip et al. (2000) analisaram a atividade antioxidante de plantas do gênero *Ilex* e observaram que a erva-mate (*Ilex paraguariensis*) apresentava uma maior atividade, e que essa propriedade era preservada na bebida. Essa constatação permitiu especular que o consumo regular da erva-mate poderia melhorar significativamente as defesas antioxidantes do organismo.

Mosimann; Wilhelm; Da Silva (2006) demonstraram que a infusão de erva-mate (extrato aquoso) administrada a coelhos alimentados com dieta rica em colesterol, inibe a progressão da aterosclerose *in vivo*, enquanto que FELIPPI et al. (2006) comprovaram que o extrato aquoso de erva-mate reverteu a deficiência de contração e relaxamento vascular (disfunção endotelial) em camundongos com aterosclerose.

Da Silva et al. (2008) estudaram o efeito da ingestão aguda da infusão de erva-mate (500 mL) em humanos e comprovaram um aumento na proteção antioxidante do plasma e das partículas de LDL, indicando que os compostos químicos presentes na erva-mate são absorvidos e atingem a circulação sanguínea em quantidade suficiente para exercer o seu efeito antioxidante.

Morais et al. (2009) demonstraram que a ingestão de chá mate verde ou chá mate tostado, durante 20 e 40 dias, por indivíduos normolipidêmicos e dislipidêmicos melhorou o perfil lipídico, aumentando o colesterol associado a fração HDL e reduzindo o colesterol associado a fração LDL.

### 1.3.2.2 Propriedades tecnológicas

As características sensoriais dos alimentos de origem vegetal, tanto processados como frescos, estão relacionadas ao teor de compostos fenólicos. Sua contribuição para a coloração de vegetais é claramente comprovada, assim como na determinação do sabor amargo e adstringente desse tipo de alimento (MARTINEZ-VALVERDE; PERIAGO; ROS, 2000).

Para o processamento de alimentos, os danos oxidativos podem afetar macro e micronutrientes presentes nos produtos alimentícios. Os antioxidantes são capazes de interceptar os radicais livres gerados pelo metabolismo celular ou por fontes externas, impedindo o ataque sobre os lipídeos, aminoácidos e bases do DNA (BIANCHI; ANTUNES, 1999).

Nos alimentos, os antioxidantes são adicionados para minimizar as alterações no valor nutritivo, cor, sabor e aroma. Antioxidantes sintéticos comumente empregados na indústria são eficazes e estáveis, mas sua utilização é limitada em muitos países. As pesquisas têm se direcionado no sentido de encontrar ingredientes ou compostos naturais que apresentem propriedades antioxidantes, para que possam substituir as substâncias sintéticas ou realizar associações com estes, com o intuito de reduzir sua quantidade nos alimentos.

Dentre os compostos fenólicos bioativos presentes nos vegetais, os flavonoides, os ácidos fenólicos e o tocoferol têm se destacado para atuar como agentes redutores, sequestradores de radicais livres, quelantes de metais ou para neutralizar espécies reativas de oxigênio (ROS) ou exibir simultaneamente mais de uma dessas funções (MELO; GUERRA, 2002).



## 2 CONSIDERAÇÕES

A erva-mate é uma planta típica da América do Sul e a principal forma de consumo é o chimarrão. As folhas da erva-mate apresentam uma composição química que têm permitido o seu uso industrial em diversos produtos, além do tradicional chimarrão. Podem ser citadas aplicações para a erva-mate na produção de novos alimentos, produtos cosméticos e fitoterápicos.

As bebidas tradicionalmente consumidas apresentam compostos químicos de interesse nutricional. A suplementação da dieta com alimentos e bebidas funcionais é benéfica para a saúde, pois esses produtos apresentam substâncias responsáveis por reduzir o risco de doenças, além de melhorar funções fisiológicas, psicológicas e metabólicas.

Dessa forma, considerando a composição química da erva-mate e seus atributos funcionais, há um enorme potencial de inovação que deve ser explorado. O desenvolvimento de novos produtos à base de erva-mate estimula a atividade agrícola ervateira, aumentando a demanda pelo produto e a rentabilidade de toda a cadeia produtiva.

Entretanto, ainda são necessárias alternativas inovadoras, intensas e permanentes que possibilitem desenvolver e caracterizar novos produtos à base de erva-mate. Seria importante ressaltar a necessidade de estudos científicos e tecnológicos para conhecer e divulgar os atributos e benefícios da erva-mate, estimulando assim o hábito de consumo como parte de uma alimentação saudável.

## REFERÊNCIAS

ABDALLA, D.S.P. **Estresse oxidativo e alimentação**. In: Tirapegui J. (editor) *Nutrição: Fundamentos e aspectos atuais*. São Paulo: Atheneu, 2000. p. 179-200.

AGGETT, P.J.; ANTOINE, J.M.; ASP, N.G.; BELLISLE, F.; CONTOR, L.; CUMMINGS, J.H.; HOWLETT, J.; MULLER, D.J.G.; PERSIN, C.; PIJLS, T.J.; RECHKEMMER, G.; TUIJTELAARS, S.; VERHAGEN, H. Passclaim. Process for the assessment of scientific support for claims on foods. **European Journal of Nutrition**, v. 44, p. 5-36, 2005.

ALIKARIDIS, F. Natural constituents of *Ilex* species. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 20, p. 121-144, 1987.

ALMEIDA-RUCKER, N.; MENDES, C.L.; NASCIMENTO, F.A.F.; CEMIN, L.G. **Desempenho dos indicadores do produto e serviços mate período compreendido entre 1993 e 2010**. Curitiba: SEAB, 2011. 16p.

ALONSO, J.R. **Tratado de Fitomedicina**. Buenos Aires: ISIS, 1998. p. 992-995

ANUÁRIO BRASILEIRO DA ERVA-MATE. **Erva-mate**. Santa Cruz do Sul: Gazeta Grupo de Comunicações, 1999. 63p.

BARONE, J.J.; ROBERTS, H.R. Caffeine consumption. **Food and Chemical Toxicology**, v. 34, n. 1, p. 119-129, 1996.

BASTOS, D.H.M.; TORRES, E.A.F.S. Bebidas a base de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) e saúde pública. **Nutrire: Revista da Sociedade Brasileira de Alimentos**, v. 26, p. 77-89, 2003.

BASTOS, D.H.M.; FORNARI, A.C.; QUEIROZ, Y.S.; SOARES, R.A.M.; TORRES, E.A.F.S. The Chlorogenic Acid and Caffeine Content of Yerba Mate (*Ilex paraguariensis*) Beverages. **Acta Farmacéutica Bonaerense**, v. 24, n. 1, p. 91-95, 2005.

BASTOS, D.H.M.; ISHIMOTOA, E.Y.; MARQUES, M.O.M.; FERRI, A.F.; TORRES, E.A.F.S. Essential oil and antioxidant activity of green mate and mate tea (*Ilex paraguariensis*) infusions. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 19, p. 538-543, 2006.

BERTÉ, K.A.S.; FREITAS, R.J.S.; RUCKER, N.A.; RAPACCI, M. Vida-de-prateileira: microbiologia da erva-mate chimarrão. **Acta Farmacéutica Bonaerense**, v. 25, p. 95-98, 2006.

BIANCHI, M.L.P.; ANTUNES, L.M.G. Radicais livres e os principais antioxidantes da dieta. **Revista de Nutrição**, v. 12, n. 2, p. 123-130, 1999.

BLUMENTHAL, M. **The complete German Commission E Monographs**. Austin: American Botanical Council, p. 167-168, 1998.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n. 277 de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para café, cevada, chá, erva-mate e produtos solúveis. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 23 de setembro de 2005.

BRENELLI, E.C.S. A extração de cafeína em bebidas estimulantes – uma nova abordagem para um experimento clássico em química orgânica. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p. 136-138, 2003.

CAMOUGRAND, N.; RIGOLET, M. Aging and oxidative stress: studies of some genes involved both in aging and in response to oxidative stress. **Respiration Physiology**, v. 128, p. 393-401, 2001.

CHANDRA, S.; MEJIA, G.E. Polyphenolic compounds, antioxidant capacity, and quinone reductase activity of aqueous extract of *Ardisiacompressa* in comparison to Mate (*Ilex paraguariensis*) and green (*Camellia sinensis*) teas. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 3583–3590, 2004.

CHENG, T.Y.; ZHU, Z.; MASUDA, S.; MORCOS, N.C. Effects of multivitamin supplementation on antioxidant defense systems in healthy human beings. **Journal of Nutrition Biochemistry**, v. 12, p. 388-395, 2001.

CLIFFORD, M.N.; RAMIREZ-MARTINEZ, J.R. Chlorogenic acids and purine alkaloid content of maté (*Ilex paraguariensis*) leaf and beverage. **Food Chemistry**, v. 35, n. 1, pp. 13-21, 1990.

COSTA, S.G. **A erva-mate**. Curitiba: Coleção Farol do Saber, 1995. 132p.

ESMELINDRO, A.A.; GIRARDI, J.S.; MOSSI, A.; JACQUES, R.A.; DARIVA, C. Influence of agronomic variables on the composition of mate tea leaves (*Ilex paraguariensis*) extracts obtained from CO<sub>2</sub> extraction at 30 °C and 175 bar. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 1990-1995, 2004.

FELIPPI, R.; RIBEIRO DO VALLE, R.M.; WILHELM FILHO, D.; DA SILVA, E.L. Administration of aqueous extract of *Ilex paraguariensis* reverses endothelial dysfunction in LDL receptor knockout mice. **Free Radical Research**, v. 40, n. 1, p. 104, 2006.

FILIP, R.; LOPEZ, P.; COUSSIO, J.; FERRARO, G. Mate substitutes or adulterants: study of xanthine content. **Phytotherapy Research**, v. 12, n. 2, p. 129-131, 1998.

FILIP, R.; LOLITO, S.B.; FERRARO, G.; FRAGA, C.G. Antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* and related species. **Nutrition Research**, v. 20, p. 1437-1446, 2000.

FILIP, R.; LOPEZ, P.; GIBERTI, G.; COUSSIO, J.; FERRARO, G. Phenolic compounds in seven South American *Ilex* species. **Fitoterapia**, v. 72, p. 774-778, 2001.

GHEDIRA, K. ; GOETZ, P. ; LE JEUNE, R. Kola, Cola nitida (Vent) Schott et Endl (= C. vera Schumann) et Cola acuminata (P. Beauv.) Schott et Endl. **Phytothérapie**, v. 7, p. 37-40, 2009.

GUGLIUCCI, A.; STAHL, A.J. Low density lipoprotein oxidation is inhibited by extracts of *Ilex paraguariensis*. **Biochemistry & Molecular Biology International**, v. 35, p. 47-56, 1995.

GUGLIUCCI, A. Antioxidant Effects of *Ilex Paraguariensis*: Induction of Decreased Oxidability of Human LDL *in Vivo*. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 224, n. 2, p. 338-344, 1996.

HARLAND, B.F. Caffeine and nutrition. **Nutrition**, v. 16, n. 7-8, p. 522-526, 2000.

HEINRICHS, R.; MALAVOLTA, E. Composição mineral do produto comercial da erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.). **Ciência Rural**, v. 31, p. 781-785, 2001.

KAWAKAMI, M.; KOBAYASHI, A. Volatile constituents of green mate and roasted mate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 39, p. 1275-1279, 1991.

LESSA, L.C. **Chimarrão**. São Paulo: Departamento de Cultura, 1953. 460p.

LEPREVOST, A. **Química e tecnologia da erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.)**. Boletim técnico n. 53. Curitiba: TECPAR, 1987. 53 p.

LINHARES, T. **História Econômica do Mate**. Rio de Janeiro: Livraria José Olympio, 1969. 522 p.

MACCARI JUNIOR, A. **Análise do pré-processamento da erva-mate para chimarrão**. Campinas, 2005. Tese de Doutorado em Engenharia Agrícola. Universidade Estadual de Campinas. 215p.

MACCARI JUNIOR, A. Câmara Setorial da Cadeia Produtiva da Erva-Mate. **Produtos alternativos e desenvolvimento da tecnologia industrial na cadeia produtiva da erva-mate**. Curitiba: PADCT, 2000. Série PADCT III, n.1, 160p.

MANACH, C.; SCALBERT, A.; MORAND, C.; RÉMÉSY, C.; JIMÉNEZ, L. Polyphenols: food sources and bioavailability. **American Journal of Clinical Nutrition**, v.79, p.727-747, 2004.

MARTINEZ-VALVERDE, I.; PERIAGO, M.J.; ROS, G. Significado nutricional de los compuestos fenólicos de la dieta. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**, v. 50, n. 1, p. 5-18, 2000.

MARTINS, R. **Ilex-mate: chá sul-americano**. Curitiba: Graphica Paranaense, 1926. 309p.

MAZUCHOWSKI, J.Z. **A Cultura da Erva-mate**. Curitiba: Emater, p. 5-7, 1989.

MELO, E.A.; GUERRA, N.B. Ação antioxidante de compostos fenólicos naturalmente presentes em alimentos. **Boletim SBCTA**, v. 36, n. 1, p. 1-11, 2002.

MORAIS, E.C.; STEFANUTO, A.; KLEIN, G.A.; BOAVENTURA, B.C.B.; ANDRADE, F.; WAZLAWIK, E.; DI PIETRO, P.F.; MARASCHIN, M.; DA SILVA, E.L. Consumption of yerba mate (*Ilex paraguariensis*) improves serum lipid parameters in healthy dyslipidemic subjects and provides an additional LDL-cholesterol reduction in individuals on statin therapy. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, n. 18, p. 8316–8324, 2009.

MOSIMANN, A.L.P.; WILHELM FILHO, D.; DA SILVA, E.L. Aqueous extract of *Ilex paraguariensis* (mate) attenuates the progression of atherosclerosis in cholesterol fed rabbits. **BioFactors**, v. 26, p. 59-70, 2006.

NANTES, J.F.D. Projeto de produtos agroindustriais. In: BATALHA, M.O. **Gestão Agroindustrial**. 2.ed. v. 1, São Paulo: Editora Atlas, Cap. X, p. 518-555, 2001.

NEWALL, C.A.; ANDERSON, L.A.; PHILLIPSON, J.D. **Herbal Medicines**. London: The Pharmaceutical Press, p. 189-190, 1996.

NOGUEIRA, M.; TRUGO, L.C. Distribuição de isômeros de ácido clorogênico e teores de cafeína e trigonelina em cafés solúveis brasileiros. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 2, p. 296-299, 2003.

PRIOR, R.L.; CAO, G. In vivo total antioxidants capacity: Comparasion of different analytical methods. **Free Radical Biology & Medicine**, v.27, p. 1173-1181, 1999.

REITZ, R.; EDWIN, G. **Aquifoliaceae**. Itajaí: Herbário Barbosa Rodrigues, p. 6-7, 1967.

REITZ, R.; KLEIN, R.M.; REIS, A. **Projeto Madeira de Santa Catarina**. Itajaí: Sudesul, p.168-175, 1978.

ROBERTS, H.R.; BARONE, J.J. Biological effects of caffeine: history and use. **Food Technology**, p. 33-39, 1983.

ROSS, J.A.; KASUM, C.M. Dietary flavonoids: Bioavailability, Metabolic effects, and Safety. **Annual Review of Nutrition**, v. 22, p. 19-34, 2002.

ROTTA, E.; OLIVEIRA, Y.M.M.; **Cultivo da erva-mate**. Colombo: Embrapa florestas, (Sistemas de produção n.1), 2005.

RUCKER, N.A. Secretaria Agricultura e do Abastecimento do Paraná. **Erva-mate: prospecção tecnológica da cadeia produtiva**. Curitiba: SEAB, 1997. 121 p.

SAINT-HILAIRE, A. **Mémoires du muséum d'histoire naturelle**. v. 9, Paris p. 351, 1822.

SANTE CANADA. Votre santé et vous. Aliments. Caféine, mars 2010. Disponível em: <[www.hc-sc.gc.ca](http://www.hc-sc.gc.ca)>. Acesso em: 30 de setembro de 2010.

SANTOS, K.A.; FREITAS, R.J.S.; RUCKER, N.G.A.; SANTOS, M.A.; RAPACCI, M. Determinação de cafeína por CLAE em erva-mate para chimarrão. In: 3º CONGRESSO SUL-AMERICANO DA ERVA-MATE, 2003b, Chapecó. **Anais...** Chapecó-SC: Organizadores, 2003, p. 1-6.

SAWYNOK, J. Pharmacological rationale for the clinical use of caffeine. **Drugs**, v. 49, n. 1, p. 37-50, 1995.

SCALBERT, A.; JOHNSON, I.T.; SALTMARSH, M. Polyphenols: antioxidants and beyond. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 81, p. 215-217, 2005.

SCHINELLA, G.R.; TROIANI, G.; DÁVILA, V.; BUSCHIAZZO, P.M.; TOURNIER, H.A. Antioxidant effects of an aqueous extract of *Ilex paraguariensis*. **Biochemistry and Biophysical Research Communications**, v. 269, p. 257-360, 2000.

SGARBIERI, V.C.; PACHECO, M.T.B. Revisão: alimentos funcionais fisiológicos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 2, n. 1 e 2, p. 7-19, 1999.

SILVA, E.L.; NEIVA, T.J.C.; SHIRAI, M.; TERÃO, J.; ABDALLA, D.S.P. Acute ingestion of yerba mate infusion (*Ilex paraguariensis*) inhibits plasma and lipoprotein oxidation. **Food Research International**, v. 41, p. 973-979, 2008.

SIMÕES, C.A.M.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. **Farmacognosia da Planta ao Medicamento**. 3.ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, 2001. 833p.

SOUTHON, S. Increased fruit and vegetable consumption within the EU: potential health benefits. **Food Research International**, v. 33, p. 211-217, 2000.

SOUZA P.F. **Tecnologia de Produtos Florestais**. Rio de Janeiro: Imprensa Nacional, p. 206-254, 1947.

SPICHIGER, R.E.; SAVOLAINEN, V.; FIGEAT, M.; JEANMONOD, D. **Systematic botany of flowering plants**. United States of America: Science Publishers, p. 338, 2004.

VALDUGA, A.T.; FINZER, J.R.D.; MOSELE, S.H. **Processamento de Erva-mate**. Erechim: Edifapes, 2003. 182p.

VINSON, J.A.; DABBAGH, Y.A. Tea phenols: antioxidant effectiveness of teas, tea components, tea fractions and their binding with lipoproteins. **Nutrition Research**, v. 18, n. 6, p. 1067-1075, 1998.

WICHTL, M. **Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals: a handbook for practice on a scientific basis**. Stuttgart: Medpharm, p. 319-321, 1994.

WINGE, H.; FERREIRA, A.G.; MARIATH, J.E.A.; TARASCONI, L.C. **Erva-mate: biologia e cultura no cone sul**. Porto Alegre: UFRGS, p. 303-312, 1995.

## **CAPÍTULO 2**

### **COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA ERVA-MATE SOLÚVEL**

KLEBER BERTÉ, RENATO JOÃO SOSSELA DE FREITAS, ROSEMARY  
HOFFMANN-RIBANI

Artigo será submetido à publicação na Revista

JOURNAL OF THE SCIENCE OF FOOD AND AGRICULTURE

ISSN 1097-0010

JCR 1.36

## COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA ERVA-MATE SOLÚVEL

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, RENATO J.S. FREITAS<sup>1</sup>,  
ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### RESUMO

O Brasil é um grande produtor e consumidor de erva-mate, e o chimarrão é a bebida mais consumida. A erva-mate solúvel é uma alternativa para o consumo diário visto que dispensa todo aparato de preparo do chimarrão, sendo necessária apenas água quente. Neste capítulo, o objetivo foi produzir por *spray-dryer* a erva-mate solúvel e avaliar suas propriedades químicas e tecnológicas. A secagem em escala industrial foi realizada nas condições padronizadas pela indústria (temperatura do ar de secagem de 185 °C, vazão mássica de alimentação de 200 g/min), sem adição de agente carreador ou adjuvante de secagem. Os pós foram caracterizados em relação ao conteúdo de compostos químicos, umidade e atividade de água. Para caracterização das propriedades tecnológicas foram avaliadas densidade aparente, solubilidade, higroscopicidade e morfologia das partículas. A erva-mate solúvel apresentou índice de solubilidade acima de 96% e, devido à sua baixa umidade e atividade de água apresentou alta higroscopicidade. As partículas do pó apresentaram morfologia característica e compatível ao processo tecnológico aplicado para secagem do produto. A concentração de compostos químicos possibilita diversas aplicações para a erva-mate solúvel, além do preparo de bebidas.

**Palavras-chave:** desenvolvimento, mate solúvel, atomização



## COMPOSITION AND PROPERTIES OF SOLUBLE YERBA MATE

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### ABSTRACT

Brazil is a major producer and consumer of yerba mate, and *chimarrão* is the most consumed beverage. Yerba mate is a soluble alternative to the daily consumption since remission of the whole apparatus of mate preparation, requiring only hot water. In this chapter, the goal was to produce a spray-dryer yerba mate green soluble and assess their chemical and technological properties. The drying on an industrial scale was conducted in standardized conditions by industry (drying air temperature of 185 °C, mass flow rate of feed of 200 g / min) without addition of carrier agent or adjuvant drying. The powders were characterized for the content of chemicals, moisture and water activity. To characterize the technological properties were evaluated density, solubility, hygroscopicity and morphology of the particles. The mate had soluble solubility index above 96% and due to its low moisture and water activity showed high hygroscopicity. The powder particles had the characteristic morphology and compatible technological process applied for drying the product. The concentration of chemicals allows several applications to the mate-soluble, and the preparation of drinks.

**Keywords:** development, soluble mate, spray-dryer

## 1 INTRODUÇÃO

O chimarrão é uma bebida quente, muito apreciada na América do Sul, preparada a partir da erva-mate beneficiada. A qualidade da erva-mate industrializada está relacionada às características das folhas (matéria-prima), que por sua vez depende de alguns fatores, entre os quais a região de cultivo, clima, sistema de manejo, tipo de processamento, condições de armazenamento e composição química. A contribuição que cada uma dessas variáveis exerce sobre a qualidade do produto final é difícil dimensionar. No meio ambiente, a influência do clima, fatores como temperatura e umidade podem favorecer ou não o desenvolvimento da planta. No vegetal, a adubação, os tratos culturais e as pragas influenciam na formação e composição das folhas. No processamento agroindustrial, as etapas de colheita, tratamento térmico e moagem determinam as principais características de qualidade do produto e conferem atributos como cor, aspecto, sabor e aroma (ESMELINDRO et al., 2004; MACCARI JUNIOR, 2005).

As características aromáticas e sensoriais do mate são desenvolvidas durante o processamento térmico e/ou armazenamento. Nas etapas de sapeco e secagem, as temperaturas são elevadas, variando entre 100 e 400 °C, o que resulta na perda de umidade, mudanças de coloração e alterações na textura das folhas. As folhas da erva-mate apresentam inúmeras substâncias químicas (compostos fenólicos, metilxantinas, óleo essencial, minerais) que contribuem para qualidade sensorial dos produtos elaborados a partir dessa planta (VALDUGA; FINGER; MOSELE, 2003).

As substâncias químicas presentes na erva-mate têm permitido o seu uso e aplicação industrial em diversos produtos, além do tradicional chimarrão. A erva-mate pode ser utilizada na produção de cosméticos, fitoterápicos e no desenvolvimento de novos produtos alimentícios. As indústrias apresentam, comercialmente, produção de erva-mate para chimarrão e tererê, chá mate verde, chá mate tostado e mate tostado solúvel (MACCARI JUNIOR, 2000). A utilização de tecnologias no processamento das folhas da erva-mate tem como objetivo agregar e melhorar a qualidade, desenvolver novos produtos e aumentar o retorno econômico na atividade de produção agrícola ervateira.

O desenvolvimento tecnológico de novos produtos tem utilizado sistemas de secagem para transformação de extratos líquidos em produtos secos. Entre os métodos de secagem empregados, a técnica de *spray-dryer* (atomização) é uma tecnologia amplamente utilizada pela indústria cosmética, farmacêutica e alimentícia. O objetivo da utilização desse método de secagem é a obtenção de produtos com maior concentração de compostos químicos e melhores características tecnológicas. Os produtos secos por *spray dryer* apresentam homogeneidade na distribuição dos constituintes químicos, maior estabilidade química e microbiológica, facilidade de manipulação e o emprego como produto intermediário no desenvolvimento de novas formulações e produtos (LIST; SCHMIDT, 1989; GAUDY; PUECH; JACOB, 1991).

Os produtos solúveis de acordo com o regulamento técnico brasileiro do Ministério da Saúde são produtos em pó resultante da desidratação do extrato aquoso de espécies vegetais previstas como alimentícias. O produto solúvel deve ser obtido por métodos físicos, utilizando água como o único agente extrator, podendo ser adicionado de aromas, especiarias e outras espécies alimentícias. Alguns produtos solúveis que podem ser citados são: café solúvel, cevada solúvel, erva-mate solúvel e chá de camomila solúvel (BRASIL, 2005).

Para o desenvolvimento de novos produtos a partir da erva-mate, bem como a extração de compostos químicos de interesse, é de fundamental importância a caracterização da composição do alimento desenvolvido em função do processamento industrial utilizado. Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo produzir por *spray-dryer* a erva-mate verde solúvel e caracterizar suas propriedades químicas e tecnológicas.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 PREPARO DA ERVA-MATE SOLÚVEL

#### 2.1.1 Matéria-prima vegetal

As folhas *in natura* da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St-Hil.) foram obtidas de plantas com 15 anos de idade, de sistema adensado (nativa e cultivada), provenientes do município de São Mateus do Sul-PR, cedidas pela empresa Baldo S/A. As folhas frescas foram submetidas ao processamento agroindustrial, conforme Figura 2.1, padronizado pela indústria para obter a erva-mate beneficiada tipo chimarrão.

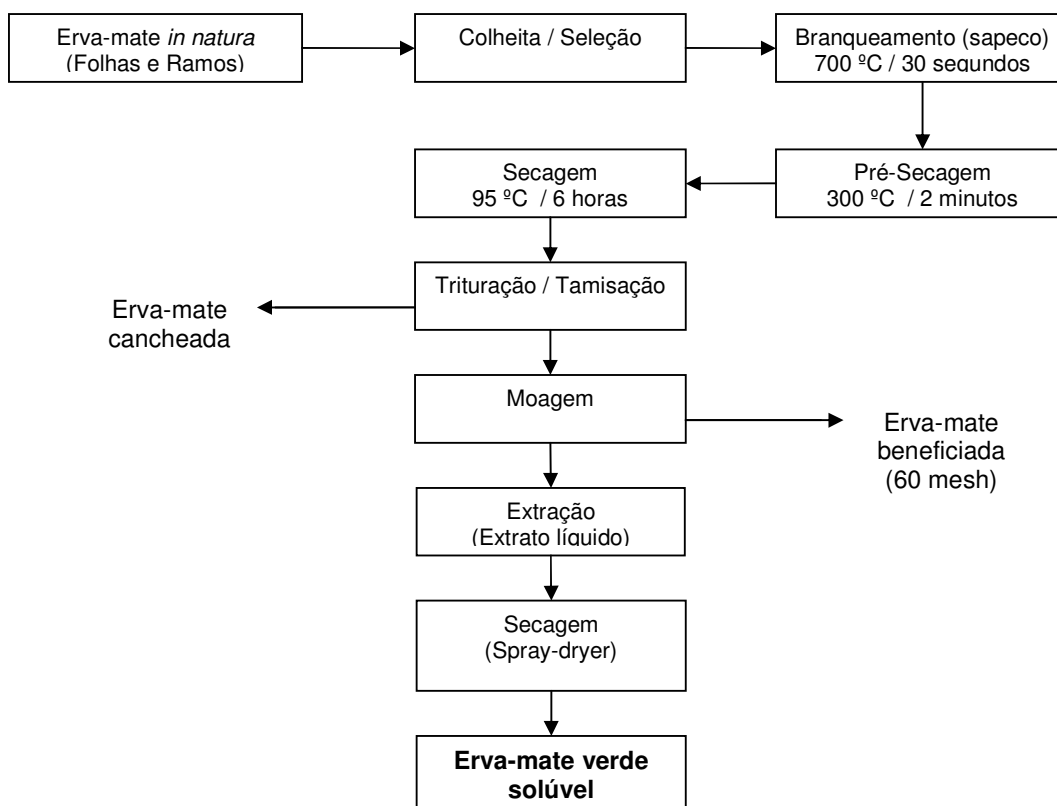


FIGURA 2.1 - DIAGRAMA DA PRODUÇÃO DA ERVA-MATE SOLÚVEL.

FONTE: O autor (2011); Baldo S/A (2011).

### 2.1.2 Extração de sólidos solúveis

Para obtenção do extrato líquido em escala industrial, 10 kg de erva-mate beneficiada tipo chimarrão (moagem de 60 mesh) foram acrescidos de 30 litros de água potável, proporção de 1:3 (p/v), mantidos em decocção durante 30 minutos à temperatura de 85 °C, adaptado de BURGARDT (2000).

### 2.1.3 Secagem em *spray-dryer*

O extrato líquido obtido foi submetido à secagem em *spray-dryer* para obter a erva-mate verde solúvel em pó. O *spray-dryer* industrial utilizado, localizado no Laboratório Herbarium, foi o modelo K 22/27 do fabricante Kohls com o bico do atomizador de 3 mm. As condições operacionais de secagem foram temperatura do ar de entrada 185 °C e de saída 83 °C, pressão do ar de 4,5 bar, vazão média do ar de secagem 5,5 m<sup>3</sup>/h e a vazão mássica de alimentação de 200 g/minuto.

A tecnologia de *spray-dryer*, conforme Figura 2.2, apresenta alimentação do produto no estado líquido e a entrada do ar de secagem no topo da câmara em sistema de fluxo co-corrente. A secagem ocorre enquanto o ar quente e o produto na forma de pequenas gotículas percorrem a câmara de secagem até a sua base cônica. O ar úmido e produto seco são enviados para o ciclone, onde são separados, sendo o ar úmido retirado e o produto seco na forma de pó coletado na base do ciclone.

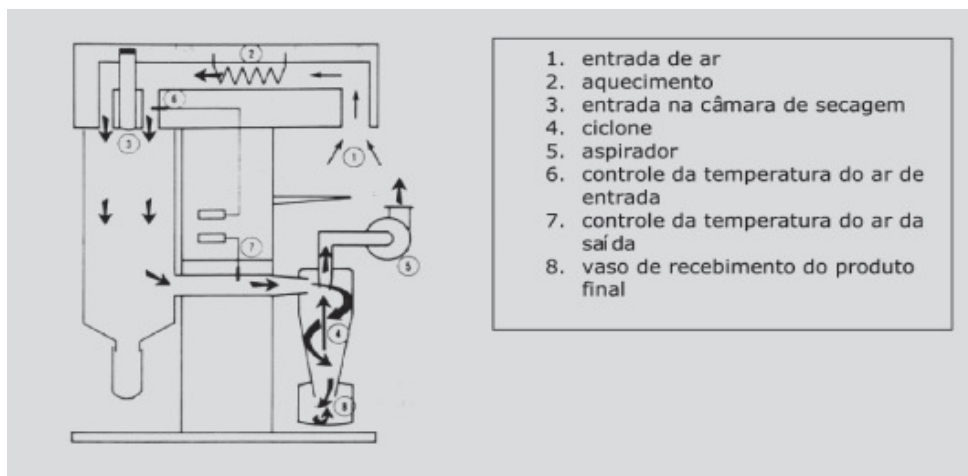


FIGURA 2.2 - ESQUEMA DO *SPRAY-DRYER* E DO FLUXO DE AR DE SECAGEM.

FONTE: LANNES e MEDEIROS (2003).

## 2.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

As determinações de proteína, lipídeos, fibra alimentar, umidade e cinzas foram realizadas utilizando as metodologias oficiais da AOAC International (2000). O valor de carboidratos totais foi calculado pela diferença entre 100 e o somatório (p/p) do valor de proteínas, lipídeos, umidade, cinzas e fibra alimentar (WATT; MERRILL, 1999). O valor energético (kcal) foi calculado pela soma dos resultados da multiplicação dos fatores de conversão (9,0) para lipídeos e (4,0) para carboidratos e proteínas (BRASIL, 2003). As determinações de pH, densidade aparente e sólidos solúveis foram realizadas conforme metodologia do IAL (2005). As determinações foram realizadas em triplicatas.

### 2.2.1 Determinação granulométrica

A granulometria da matéria-prima erva-mate beneficiada foi determinada segundo metodologia da AOAC International (2000). Para esse trabalho foram utilizadas as peneiras com referencia de tamanho ABNT n. 10, 14, 25, 30, 50 e 100, com 50 g de amostra durante 5 minutos de agitação (nível 3 do agitador de peneiras Bertel, São Paulo, Brasil)

### 2.2.2 Determinação de atividade de água

A atividade de água ( $A_w$ ) foi determinada de acordo com método especificado pelo fabricante, regulamentado pelo Departamento de Boas Práticas de Fabricação do *Food and Drug Administration* – FDA (DECAGON DEVICES INC., 2001).

### 2.2.3 Determinação da higroscopicidade

Para determinar a higroscopicidade, 2 g da erva-mate solúvel foram colocadas em um ambiente hermético contendo uma solução saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

(81% UR) e mantidas a 25 °C durante uma semana. Após esse período as amostras foram pesadas e a higroscopicidade expressa em gramas de umidade por 100 g de massa seca da amostra (CAI; CORKE, 2000).

#### 2.2.4 Determinação da solubilidade

O método consiste na adição de 1 g de amostra a um recipiente contendo 100 mL de água destilada, operando com agitação magnética à alta velocidade (nível 4 do agitador magnético, Fisatom, São Paulo, Brasil) por período de 5 minutos. Posteriormente, uma alíquota de 25 mL da solução é retirada, filtrada com papel de filtro e levada à estufa a 105 °C, até peso constante. A solubilidade é calculada pela diferença de peso e expressa em g/100 g (EASTMAN; MOORE, 1984).

#### 2.2.5 Determinação de compostos fenólicos totais

O conteúdo de compostos fenólicos totais foi determinado espectrofotometricamente pelo método de Folin-Ciocalteu, adaptado de SINGLETON; ROSSI (1965). Foram misturados 5 g de amostra em 100 mL de etanol 50% (v/v). Uma alíquota de 0,2 mL foi transferida para tubo de ensaio junto com 1,0 mL do reagente de Folin-Ciocalteu. Foi homogeneizado manualmente, e após 5 minutos foram adicionados 0,8 mL da solução de carbonato de sódio 7,5% (p/v). Após 30 minutos ao abrigo da luz foi determinada a absorbância a 765 nm em espectrofotômetro (modelo UV-1700, Shimadzu, Kyoto, Japão). Os resultados obtidos foram calculados utilizando a curva de calibração padrão (0,1; 0,3; 0,6; 1,25; 2,5 e 7,5 mg/mL,  $r^2 = 0,9948$ ) que correlaciona a concentração do padrão em função da absorbância, expressos em mg de catequina equivalente/g de amostra. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e os padrão de catequina adquirido da marca Sigma.

## 2.2.6 Determinação de compostos fenólicos por CLAE

Amostras de 2 g (erva-mate) foram misturadas com 100 mL de etanol 50% (v/v) e deixadas em repouso por 12 horas à temperatura ambiente. Para cada amostra foi realizada três extrações com 25 mL cada, durante 30 minutos em refluxo. As três partes extraídas por refluxo foram misturadas em balão volumétrico de 250 mL, completado o volume. As amostras foram filtradas por membrana filtrante (Millipore 0,45  $\mu$ m). O teor dos compostos fenólicos (ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA), ácido cafeico e rutina) foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu, equipado com injetor manual Rheodyne de 20  $\mu$ L, bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A) operando em 325 e 370 nm, controlado pelo Software Class-VP. A análise foi conduzida em coluna Bondclone® C-18 (3,9 X 300 mm) 10  $\mu$ m da Phenomenex. A fase móvel utilizada foi metanol:água (35:65, v/v com 0,5% ácido acético), em um fluxo de 1 mL min<sup>-1</sup>. As condições cromatográficas seguidas foram conforme DUTRA; RIBANI; HOFFMANN-RIBANI (2010). Para avaliação quantitativa, os resultados foram calculados utilizando uma curva de calibração padrão, que co-relaciona a área dos picos gerados e as diferentes concentrações de rutina (5,0-15,0 mcg/mL;  $r^2 = 0,9986$ ), ácido cafeico (0,5-10,0 mcg/mL;  $r^2 = 0,9981$ ) e 5-CQA (10,0-100,0 mcg/mL;  $r^2 = 0,9992$ ), conforme apresentado na Figura 2.3. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e os padrões de ácidos fenólicos (ácido cafeico, 5-CQA e rutina) adquiridos da marca Sigma.

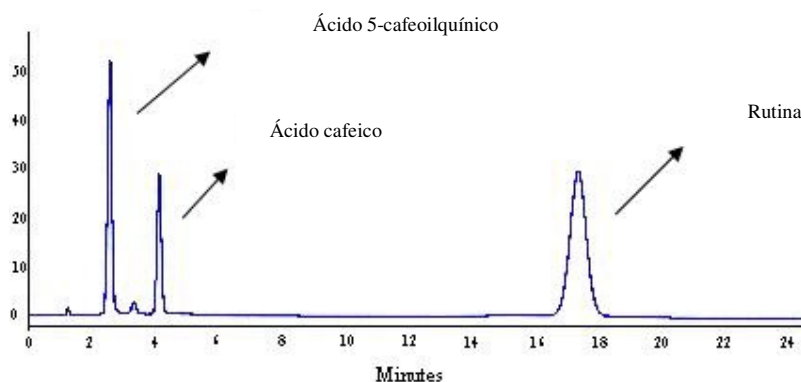


FIGURA 2.3 – CROMATOGRAMA PARA COMPOSTOS FENÓLICOS

FONTE: O autor (2011).



### 2.2.7 Determinação de metilxantinas

O conteúdo de metilxantinas (cafeína e teobromina) foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), empregando um cromatógrafo líquido da Shimadzu, controlado pelo Software Class-VP, equipado com injetor manual Rheodyne, com volume de injeção de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A) operando em 272 nm. A análise foi conduzida em coluna Sinergi<sup>®</sup> Hidro-RP 80A (3,9 X 150 mm, 4  $\mu\text{m}$ ) da Phenomenex. Utilizou-se como fase móvel metanol-água (25:75, v/v), e um fluxo de 1,0  $\text{mL min}^{-1}$ . As condições cromatográficas seguidas foram conforme DUTRA (2008). Para avaliação quantitativa, os resultados foram calculados utilizando uma curva padrão de calibração, que co-relaciona a área dos picos gerados e as diferentes concentrações de cafeína (10,0 - 100,0 mcg/mL;  $r^2 = 0,9978$ ) e teobromina (0,5 – 4,0 mcg/mL;  $r^2 = 0,9939$ ), conforme apresentado na Figura 2.4. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e os padrões de cafeína e teobromina adquiridos da marca Sigma.

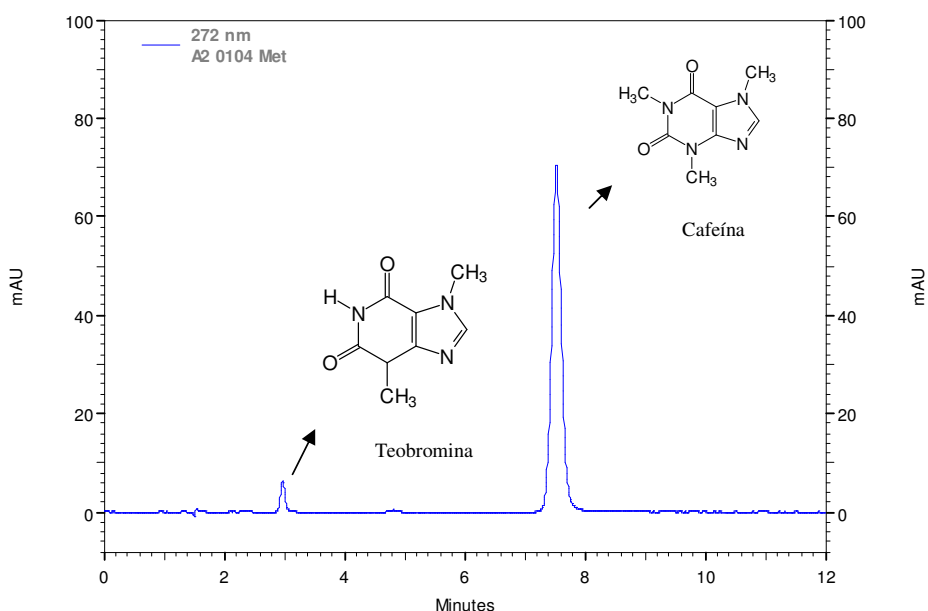


FIGURA 2.4 – CROMATOGRAMA PARA METILXANTINAS.

FONTE: O autor (2011).

## 2.3 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

As análises microbiológicas foram contagem de bactérias mesófilas, contagem de bolores e leveduras, pesquisa de *Salmonella* spp., contagem de coliformes a 45 °C e coliformes a 35 °C, segundo metodologia do *American Public Health Association* (APHA, 1992):

## 2.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia das partículas da erva-mate solúvel foi analisada usando microscópio eletrônico de varredura JEOL mod. JSM-6360 LV do Departamento de Microscopia Eletrônica da UFPR. As amostras foram fixadas em um suporte metálico com auxílio de uma fita dupla-face de cobre, submetidas à metalização sob vácuo a fim de torná-las eletricamente condutivas. A visualização foi realizada em aumentos de 1000 e 2000 vezes, com uma voltagem de excitação de 15 kV.

## 2.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados das determinações analíticas foram analisados pelo Programa Estatístico MSTATC (versão 2.10 sistema DOS) da *Michigan State University* (MSTATC, 1989), cedido pelo Laboratório de Informática do Setor de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Paraná.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA VEGETAL

##### 3.1.1 Granulometria

Os resultados da distribuição granulométrica (Tabela 2.1) para erva-mate beneficiada tipo chimarrão demonstram que 13,89% do produto foi classificado como pó moderadamente grosso (tamises 10, 14 e 25) com partículas variado de 2 mm a 710  $\mu$ m, seguida de 9,96% de pó semi fino (tamis 30) com partículas com tamanho entre 600 e 355  $\mu$ m. A maior parte da matéria-prima apresentou partículas com grau de divisão entre 300 e 180  $\mu$ m, que corresponde a 76,15% de pó fino (tamises 50, 100 e coletor), conforme critérios da Farmacopeia Brasileira (2010) para classificação de produtos em pó.

TABELA 2.1 - GRANULOMETRIA DA ERVA-MATE BENEFICIADA TIPO CHIMARRÃO.

TAMIS ABNT	QUANTIDADE (g)	PERCENTAGEM (%)
10	0,35 $\pm$ 0,11	0,71
14	3,43 $\pm$ 0,21	6,86
25	3,16 $\pm$ 0,13	6,32
30	4,98 $\pm$ 0,16	9,96
50	27,01 $\pm$ 0,18	54,03
100	7,04 $\pm$ 0,10	14,07
Coletor	4,03 $\pm$ 0,35	8,05

Valores das médias  $\pm$  SD (n=3).

FONTE: O autor (2011).

A divisão ou redução de tamanho das partículas vegetais são obtidas mediante aplicação de forças mecânicas de impacto, atrito e corte. Essas operações apresentam aspectos tecnológicos específicos, como facilitar o manuseio, transporte, embalagem e armazenamento, assim como a mistura de matérias-primas em formulações (SIMÕES et al., 2001). A determinação da distribuição granulométrica de produtos em pó permite avaliar a eficiência do processo de extração empregado. A reduzida granulometria da erva-mate, com consequente aumento da superfície específica, possibilita maior interação com o solvente (água) e favorece uma maior extração de sólidos solúveis (VOIGT, 2005).

### 3.1.2 Composição química

A composição química da erva-mate beneficiada tipo chimarrão (matéria-prima vegetal) utilizada para obter a erva-mate verde solúvel foi analisada. Os resultados serão utilizados como base de comparação com os dados obtidos para a erva-mate solúvel, conforme Tabela 2.2.

TABELA 2.2 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA ERVA-MATE BENEFICIADA TIPO CHIMARRÃO.

COMPONENTES	MÉDIA ± SD	COMPONENTES	MÉDIA ± SD
Carboidratos (g/100 g)	26,07 ± 0,62	Cafeína (mg/g)	5,59 ± 0,17
Proteína (g/100 g)	7,97 ± 0,17	Teobromina (mg/g)	1,88 ± 0,12
Lipídeos (g/100 g)	4,25 ± 0,29	Polifenóis totais (mg/g)	96,16 ± 4,12
Fibra alimentar (g/100 g)	52,97 ± 0,59	Rutina (mg/g)	3,09 ± 0,49
Umidade (g/100 g)	3,60 ± 0,42	Ácido cafeico (mg/g)	0,72 ± 0,13
Cinzas totais (g/100 g)	5,14 ± 0,15	Ácido 5-cafeoilquínico (mg/g)	24,78 ± 2,05

Valores das médias ± SD (n=3).

FONTE: O autor (2011).

A variação da composição química da erva-mate pode ser associada a fatores como clima, solo, variedade da planta, sazonalidade, idade das folhas, processamento e a parte da planta utilizada (folhas e ramos). As folhas da erva-mate são utilizadas na elaboração de produtos processados devido ao seu reconhecido conteúdo de nutrientes quando comparado com os ramos da planta (ESMELINDRO et al., 2004; MACCARI JUNIOR, 2005).

Os resultados da composição química revelaram que a erva-mate beneficiada em pó apresentou conteúdo de fibra alimentar, proteína e umidade menores que o mate em pó (59,14%; 9,77% e 8,01%, respectivamente) conforme descrito por Vieira et al. (2008). As quantidades de carboidratos e lipídeos foram maiores do que os valores encontrados pelos mesmos autores (13,66% e 3,76% respectivamente). O conteúdo de cinzas totais na matéria-prima foi similar aos valores encontrados na literatura para erva-mate. Esmelindro et al. (2004) avaliaram amostras comerciais de erva-mate e encontraram uma variação de 5,07% a 6,60%, enquanto que Vieira et al. (2008) reportaram um conteúdo de 5,67% para mate em pó.

A concentração de compostos bioativos presente na erva-mate depende de vários fatores, entre os quais podem ser citados o tipo de processamento industrial utilizado e a idade das folhas. Os compostos fenólicos presentes na erva-mate diferem significativamente do chá verde (*Camelia sinensis*). A erva-mate apresenta altas concentrações de derivados cafeicos e não contém as catequinas que estão presentes no chá verde (CHANDRA; MEJIA, 2004).

A quantidade média de compostos fenólicos encontrados em folhas de erva-mate da Argentina foi de 0,23 mg/g para o ácido cafeico e 0,60 mg/g para a rutina (FILIP et al., 2001). Para a erva-mate de diferentes regiões brasileiras, a concentração de ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA) encontrada variou de 13,1 a 24,7 mg/g e para a rutina variou de 2,37 a 8,03 mg/g (HOFFMANN-RIBANI, 2006).

Os resultados para metilxantinas também foram apresentados na Tabela 2.2. Os conteúdos de cafeína e teobromina, encontrados na erva-mate beneficiada tipo chimarrão, estão dentro do intervalo de variação citado na literatura (MAZZAFERA, 1994; GNOATTO et al., 2007; DUTRA, 2008). Nos vegetais, as metilxantinas estão envolvidas no metabolismo do nitrogênio e carbono, participando de reações químicas. O estágio de desenvolvimento, as alterações sazonais e outros fatores ambientais, bem como procedimentos agrônômicos, influenciam os teores de xantinas (ATHAYDE, 2000). Os teores de cafeína no chá-da-índia, por exemplo, aumentam com o crescimento do vegetal e a utilização de fertilizantes nitrogenados (SUZUKI et al., 1992).

### 3.2 CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO

O extrato líquido de erva-mate obtido (12,4 L) apresentou coloração verde intensa e resíduo seco (sólidos solúveis) de 8,77%, que corresponde a um rendimento de 26,31% (Tabela 2.3). O conteúdo de sólidos solúveis é um indicador de rendimento, que pode ser empregado para avaliar a eficiência do solvente utilizado na extração. A variação no rendimento de sólidos solúveis pode ser associada a fatores como tempo e temperatura de extração, grau de divisão da erva-mate (granulometria) e proporção de solvente e matéria-prima (VALDUGA; FINGER; MOSELE, 2003).

O teor de sólidos solúveis obtido para o extrato líquido (8,77%) foi superior ao experimento em escala laboratorial realizado por Gnoatto et al. (2007) que obteve 3,66% de resíduo seco, enquanto que Silva (2007) em escala semi-industrial obteve 3,78% para solução extrativa de erva-mate. O conteúdo de sólidos solúveis também pode ser utilizado para calcular a concentração de adjuvantes de secagem (*spray-dryer*) que podem ser acrescidos na fabricação de extratos secos e aromas.

TABELA 2.3 - COMPOSIÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO EXTRATO LÍQUIDO DE ERVA-MATE.

PARÂMETROS	MÉDIA ± SD
pH	5,89 ± 0,03
Sólidos solúveis (g/100mL)	8,77 ± 0,04
Cafeína (mg/mL)	2,07 ± 0,13
Teobromina (mg/mL)	0,72 ± 0,09
Polifenóis totais (mg/mL)	17,64 ± 0,82
Rutina (mg/mL)	0,67 ± 0,06
Ácido cafeico (mg/mL)	0,16 ± 0,08
Ácido 5-cafeoilquínico (mg/mL)	9,68 ± 0,34

Valores das médias ± SD (n=3).

FONTE: O autor (2011).

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO DA ERVA-MATE SOLÚVEL

#### 3.3.1 Rendimento da secagem

A massa teórica para o rendimento da erva-mate solúvel seria de 1087,5 g de produto, base seca, considerando o volume de extrato líquido (12,4 L) e o teor de resíduo seco (8,77%). O rendimento prático foi de 906,0 g de chá mate solúvel com 4,76% de umidade residual. Para o processo de secagem realizado obteve-se uma perda de 20,65%, base seca, de produto em pó (erva-mate solúvel).

Durante o experimento de secagem no *spray-dryer* foi possível observar que uma parte da erva-mate solúvel não ficou retida no tubo coletor, sendo transferida para o ciclone onde ficou aderido às paredes internas do equipamento. As perdas de partículas também podem ocorrer pelo sistema de saída de ar do equipamento. Essas perdas de produtos durante a secagem são menores quanto maior a

quantidade de produto processado (atomizado). Os principais desafios na produção de pós são o desenvolvimento de produtos e a redução de custo de processo. Dessa forma, a capacidade de produção das instalações da unidade de secagem deve ser maximizada e direcionada para minimizar perdas de produto e consumo de energia (STRAATSMA et al., 1999).

O conteúdo de compostos químicos também apresentou perdas durante o processo de secagem, conforme apresentado na Tabela 2.4. Na etapa de extração de sólidos solúveis podem ocorrer perdas de compostos químicos, devido ao tempo e temperatura aplicados nessa etapa (85 °C / 30 minutos) de processamento. Entretanto, parte dessas substâncias químicas fica retida na borra que constitui o resíduo vegetal da extração (bagaço).

TABELA 2.4 - RENDIMENTO PARA SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS DA ERVA-MATE SOLÚVEL

PARÂMETROS	RENDIMENTOS*		
	Teórico	Prático	Perdas (%)
Cafeína (mg/g)	23,60	19,48	17,48
Teobromina (mg/g)	8,21	7,50	8,68
Polifenóis totais (mg/g)	201,14	187,23	6,91
Rutina (mg/g)	7,64	5,65	26,06
Ácido cafeico (mg/g)	1,89	1,62	14,57
Ácido 5-cafeoilquínico (mg/g)	110,38	95,97	13,05

\* Valores obtidos para a erva-mate solúvel, base seca, considerando umidade residual de 4,76%.

FONTE: O autor (2011).

A rutina (3-O-rutinosídeo-quercetina) foi o componente que apresentou maior perda (26,06%) durante o processo de secagem em *spray-dryer*. Nishikawa et al. (2007), avaliando a estabilidade de formulações cosméticas contendo rutina, verificaram que esse flavonoide apresentou perda de 28% do teor inicial quando submetido à temperatura de 40 °C durante 45 dias de teste. Para os autores, essa redução no conteúdo inicial da rutina era esperada, pois temperaturas elevadas contribuem para degradação do flavonoide. A rutina é uma substância sensível à presença de metais e à hidrólise, que é acelerada direta e proporcionalmente com a elevação da temperatura (SIMÕES et al., 2001).

As metilxantinas (cafeína e teobromina) também apresentaram perdas. Esses alcaloides são solúveis em água e soluções aquosas ácidas a quente (BRUNETON,

1993). A solubilização dessas substâncias durante a etapa de extração dos sólidos solúveis pode favorecer a redução desses alcaloides na erva-mate solúvel devido à quantidade de líquido retido no resíduo vegetal da extração (bagaço).

VALDUGA; FINGER; MOSELE (2003), em experimento com erva-mate em secador por atomização, obtiveram 21,5% de perdas no conteúdo de cafeína. A quantidade de cafeína retida no resíduo sólido depende da sua solubilidade, que pode ser influenciada pelo solvente, tempo e temperatura utilizados. A cafeína apresenta boa solubilidade com valores médios de 19,23 g/100 g de água a uma temperatura de 80 °C.

Os compostos fenólicos apresentaram as menores perdas durante o processo de secagem. Assim como a cafeína, os ácidos clorogênicos são facilmente solubilizados em água (NOGUEIRA; TRUGO, 2003) e, portanto, estarão presentes no extrato líquido de erva-mate, em teores dependentes de suas estabilidades aos processos térmicos degradativos empregados durante o processamento da erva-mate solúvel. Dessa forma, a perda de compostos fenólicos pode ocorrer na etapa anterior à secagem devido à sua solubilidade, assim como acontece com a cafeína.

### 3.3.2 Composição química

A composição química para a erva-mate solúvel obtido por secagem em *spray-dryer* é apresentada na Tabela 2.5. Os resultados da composição química para a erva-mate beneficiada (matéria-prima) foram utilizados como base de comparação com os dados obtidos para a erva-mate solúvel.

TABELA 2.5 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA ERVA-MATE SOLÚVEL.

COMPONENTES	ERVA-MATE BENEFICIADA	ERVA-MATE SOLÚVEL
Carboidratos (g/100 g)	26,07 ± 0,62 <sup>b</sup>	80,71 ± 0,39 <sup>a</sup>
Proteína (g/100 g)	7,97 ± 0,17 <sup>a</sup>	4,09 ± 0,02 <sup>b</sup>
Lipídeos (g/100 g)	4,25 ± 0,29 <sup>a</sup>	0,90 ± 0,02 <sup>b</sup>
Fibra alimentar (g/100 g)	52,97 ± 0,59 <sup>a</sup>	0,00 ± 0,00 <sup>b</sup>
Umidade (g/100 g)	3,60 ± 0,42 <sup>a</sup>	4,76 ± 0,12 <sup>a</sup>
Cinzas totais (g/100 g)	5,14 ± 0,15 <sup>b</sup>	9,54 ± 0,44 <sup>a</sup>
Valor energético (kcal/100 g)	174,41 ± 0,88 <sup>b</sup>	347,27 ± 1,66 <sup>a</sup>

Valores das médias ± SD (n=3). Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si (p>0,05).

FONTE: O autor (2011).



Analisando a Tabela 2.5 é possível observar que os processos de extração e secagem aplicados modificaram significativamente a composição química do novo produto desenvolvido. Os resultados das análises químicas revelaram que a erva-mate solúvel apresentou aumento significativo nos teores de carboidratos, umidade, cinzas totais e valor energético. A erva-mate solúvel apresentou um significativo aumento no teor de cinzas totais o que reflete um excelente conteúdo de minerais, enquanto que o conteúdo de proteína, lipídeos e fibra alimentar reduziu significativamente.

Com relação ao teor de fibra alimentar, pode ser verificado que o processo de extração de sólidos solúveis eliminou esse nutriente, reduzindo a zero o conteúdo na erva-mate solúvel. Os resultados revelam que a erva-mate beneficiada em pó (matéria-prima) é uma importante fonte de fibra alimentar, porém apresenta uma quantidade menor do que o valor encontrado por Vieira et al. (2008) que citam um teor médio de 59,14%. O consumo de 5 g de erva-mate em pó representa 10% do valor diário de fibra alimentar (25 g/dia) conforme recomendação do Ministério da Saúde/FAO (BRASIL, 2003). Dessa forma, a erva-mate desidratada pó parece ser uma alternativa de ingrediente para o desenvolvimento de alimentos fonte de fibras.

Segundo a *American Association of Cereal Chemists* (2001), as fibras alimentares são partes comestíveis de plantas ou carboidratos análogos que são resistentes à digestão e absorção no intestino delgado humano, com fermentação completa ou parcial no intestino grosso. Estão incluídos, assim, os polissacarídeos, oligossacarídeos, lignina e substâncias vegetais associadas. Os principais integrantes da parede celular das folhas são polissacarídeos não amiláceos insolúveis (celulose, hemicelulose e lignina), e de acordo com os resultados obtidos no presente trabalho, para o mate verde solúvel, as fibras alimentares não foram solubilizadas em água na etapa de extração.

A determinação direta de lipídeos em alimentos, feita pela extração com solventes adequados, denomina-se na realidade de extrato etéreo, por representar não somente o teor de lipídeos, mas também o teor de vários compostos como carotenoides, vitaminas lipossolúveis, esteróis, clorofila e óleos essenciais, os quais são extraídos pelo solvente, nas condições do método (CECCHI, 2003). A erva-mate desidratada pó apresentou teores médios de lipídeos (extrato etéreo) variando de 4,16 a 4,57 g/100 g de amostra, sendo que após o processo de extração de sólidos

solúveis, os teores reduziram para um valor médio de 0,90% para a erva-mate solúvel. O conteúdo de lipídeos na erva-mate pó foi superior ao valor encontrado por Vieira et al. (2008) que aponta um valor médio de 3,76%.

O conteúdo de cinzas para a erva-mate solúvel foi superior ao valor encontrado para as folhas desidratadas. Esse aumento significativo ( $p < 0,05$ ) no teor de cinzas indica uma elevada solubilização de minerais durante a etapa de extração dos sólidos solúveis. As cinzas de um alimento são consideradas como resíduo inorgânico que permanece após a queima da matéria orgânica. As cinzas são constituídas principalmente de grandes quantidades de K, Ca, Na e Mg, e pequenas quantidades de Al, Fe, Cu, Mg e Zn, bem como traços de iodo, flúor e outros elementos (CECCHI, 2003). Os elementos minerais de maior concentração na erva-mate chimarrão são  $N > P > Ca > Mg > P=S > Mn > Fe > Al > Zn > Na$  (HEINRICHS; MALAVOLTA, 2001).

### 3.3.2 Compostos funcionais

A concentração de compostos funcionais para a erva-mate solúvel depende do conteúdo extraído da matéria-prima, tempo, temperatura e quantidade de solvente (água) utilizado no processo de extração, bem como das condições de secagem. Para produtos solúveis ou extratos de plantas é evidente a concentração de substâncias químicas por extração sólido / líquido e secagem por *spray-dryer*. Os resultados para a determinação de metilxantinas e compostos fenólicos presentes na erva-mate solúvel são apresentados na Tabela 2.6.

TABELA 2.6 - COMPOSTOS QUÍMICOS FUNCIONAIS DA ERVA-MATE SOLÚVEL

COMPOSIÇÃO	ERVA-MATE BENEFICIADA	ERVA-MATE SOLÚVEL
Cafeína (mg/g)	$5,59 \pm 0,17^b$	$18,55 \pm 0,80^a$
Teobromina (mg/g)	$1,88 \pm 0,12^b$	$7,14 \pm 0,33^a$
Polifenóis totais (mg/g)	$96,16 \pm 4,12^b$	$178,32 \pm 7,35^a$
Rutina (mg/g)	$3,09 \pm 0,49^b$	$5,38 \pm 0,09^a$
Ácido cafeico (mg/g)	$0,72 \pm 0,13^b$	$1,54 \pm 0,11^a$
Ácido 5-cafeoilquínico (mg/g)	$24,78 \pm 2,05^b$	$91,40 \pm 1,75^a$

Valores das médias  $\pm$  SD (n=3). Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si ( $p > 0,05$ ).

FONTE: O autor (2011).

A quantidade de cafeína determinada na erva-mate solúvel foi superior ao teor encontrado (9,45 mg/g) no mate solúvel tostado (BRENELLI, 2003). No processamento do mate tostado, a erva-mate é submetida à etapa industrial de tosta ou torrefação. Esse processo é realizado com calor indireto semelhante à torrefação do café, o que pode ocasionar a degradação de metilxantinas (LEPREVOST, 1987). Entretanto, o teor de cafeína foi similar aos valores encontrados para o café em pó (10,8 a 22,4 mg/g) e café solúvel (16,0 a 32,0 mg/g) (NOGUEIRA; TRUGO, 2003; TOCI et al., 2006). Segundo Nogueira e Trugo (2003), as variações na quantidade de cafeína do café estão relacionadas aos diferentes *blends* utilizados pela indústria (mistura de robusta e arábica). As perdas de cafeína na torrefação do café são pequenas, devido a sua estabilidade térmica (MONTEIRO; TRUGO, 2005). Ao contrario do que ocorre com o café, nas etapas de sapeco e secagem, durante o processamento industrial da erva-mate, ocorre a degradação térmica da cafeína em função das elevadas temperaturas utilizadas (ESMELINDRO et al., 2002).

O ácido 5-cafeoilquínico é o composto fenólico em maior concentração tanto na erva-mate folhas como na erva-mate solúvel. O conteúdo obtido para a erva-mate solúvel (91,40 mg/g), quando comparado aos valores da literatura, foi superior aos relatados para erva-mate chimarrão (12,7 a 24,3 mg/g), folhas de erva-mate (5,70 a 20,2 mg/g), café em pó (1,90 a 27,9 mg/g) e café solúvel (2,43 a 17,76 mg/g) (CLIFFORD; RAMIREZ-MARTINEZ, 1990; NOGUEIRA; TRUGO, 2003; HOFFMANN-RIBANI, 2006; TOCI; FARAH; TRUGO, 2006).

### 3.3.3 Propriedades tecnológicas

A operação de secagem em *spray-dryer* consiste de quatro fases: atomização do líquido, contato do líquido atomizado com o ar quente, evaporação da água e separação do produto em pó do ar de secagem, de modo que todas essas fases interferem nas características finais do pó. A maneira de atomizar e as propriedades do líquido atomizado influenciam o tamanho da partícula sólida, sua densidade, aparência e umidade (DZIEZAK, 1988).

O teor de umidade é um fator limitante para a qualidade de produtos alimentícios desidratados. De acordo com o Ministério da Saúde, produtos solúveis como chá e café devem apresentar no máximo 5,0% de umidade (BRASIL, 2005). A erva-mate verde solúvel apresentou um teor médio de umidade residual de 4,76% e atividade de água ( $A_w$ ) média de 0,31. Esse produto é considerado um alimento higroscópico e particularmente sensível à umidade na medida em que esta facilita sua deterioração, conforme apresentado na Tabela 2.7.

TABELA 2.7 - PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DA ERVA-MATE SOLÚVEL.

PARÂMETROS	MÉDIA $\pm$ SD
pH	5,48 $\pm$ 0,02
$A_w$	0,31 $\pm$ 0,01
Umidade (g/100 g)	4,76 $\pm$ 0,12
Higroscopicidade (g/100 g)	11,40 $\pm$ 0,08
Solubilidade (g/100 g)	96,65 $\pm$ 0,19
Densidade aparente (g/mL)	0,33 $\pm$ 0,02

Valores das médias  $\pm$  SD (n=3).

FONTE: O autor (2011).

O processo de secagem do extrato líquido com os sólidos solúveis da erva-mate deve ser padronizado e severamente executado, de maneira que o mate solúvel obtido apresente teores de umidade abaixo do limite máximo. De acordo com o resultado obtido para umidade, a erva-mate verde solúvel atende a esse requisito de qualidade, evidenciado a conformidade do processo de secagem. A escolha de um material de embalagem com baixa permeabilidade ao vapor d'água deve ser considerada. A utilização de embalagens adequadas permite um correto acondicionamento do produto, evitando o ganho de umidade, a degradação de compostos químicos e o desenvolvimento de micro-organismos. Dessa forma, será possível minimizar a deterioração química e sensorial do produto.

Berté et al. (2006) descrevem que o limite da vida de prateleira de produtos desidratados, como a erva-mate chimarrão, pode ser estabelecido em função do teor de umidade. O material de embalagem deve assegurar que o alimento embalado não apresente contato com o meio externo, para não favorecer o crescimento microbiano e o ganho de umidade. De modo comparativo, a perda de qualidade do café solúvel está relacionada com o ganho de umidade, acarretando na

aglomeração de partículas e perda de qualidade por oxidação de componentes. A temperatura de armazenamento também pode acelerar o processo de deterioração (SARANTÓPOULOS et al., 2001).

As propriedades como umidade e atividade de água são essenciais no que diz respeito à estabilidade e estocagem dos pós. No entanto, a erva-mate solúvel (extrato de mate) obtido por *spray-dryer* apresenta alguns obstáculos em suas propriedades tecnológicas, como alta pegajosidade (*stickiness*) e higroscopicidade, que tornam sua manipulação substancialmente mais difícil. Isso indica que quanto menor a umidade das partículas, maior a sua higroscopicidade, ou seja, maior a facilidade de adsorver água. Goula et al. (2004) em seu trabalho de secagem da polpa de tomate em *spray-dryer*, observaram que a higroscopicidade dos pós produzidos foi inversamente proporcional à sua umidade.

As partículas produzidas com o extrato de mate se mostraram bastante solúveis, o que era esperado, uma vez que os sólidos solúveis presentes no extrato líquido apresentam alta solubilidade. Cano-Chauca et al. (2005), pesquisando a secagem do suco de manga também observaram valores de solubilidade médios de 95% para pós produzidos por *spray-dryer*.

A densidade é uma propriedade extremamente importante em misturas secas, enquanto que, em líquidos, a solubilidade é uma das características mais relevantes. O conhecimento da densidade é muito importante em processos industriais, no ajuste das condições de estocagem, processamento, embalagem e distribuição. Os produtos obtidos por moagem ou secagem geralmente são caracterizados por sua densidade aparente, que considera o volume e o peso do material sólido (CÁNOVAS; JULIANO, 2005).

#### 3.3.4 Microbiologia

Os resultados das análises microbiológicas para a erva-mate beneficiada e a erva-mate solúvel são apresentados na Tabela 2.8. No Brasil, o Ministério da Saúde (BRASIL, 2001) estabelece as contagens microbiológicas de interesse sanitário e seus respectivos limites para amostras indicativas.

Os produtos erva-mate chimarrão e erva-mate solúvel são classificados como alimentos consumidos com adição de água e emprego de calor. Assim, de acordo com a legislação brasileira, os produtos analisados apresentaram resultados para as contagens microbiológicas abaixo dos limites máximos Tabela 2.8.

TABELA 2.8 - CONTAGEM MICROBIOLOGICA EM PRODUTOS DE ERVA-MATE.

ANÁLISES	ERVA-MATE BENEFICIADA	ERVA-MATE SOLÚVEL	LIMITE PADRÃO
Mesófilas	$2,1 \times 10^3$	$1,0 \times 10^2$	$10^7$ UFC/g (A)
Bolores e leveduras	$1,4 \times 10^2$	$< 10^2$	$10^4$ UFC/g (A)
Coliformes a 35° C	9,1	$< 3$	$10^4$ NMP/g (A)
Coliformes a 45° C	$< 3$	$< 3$	10 NMP/g (B)
Pesquisa <i>Salmonella</i>	Ausência/25 g	Ausência/25 g	Ausência/25 g (B)

(A) limite preconizado pela WHO; (B) limite preconizado por Brasil, 2001 (RDC n. 12).

FONTE: O autor (2011).

A Organização Mundial da Saúde (OMS) estabelece também, além dos micro-organismos de interesse sanitário, os micro-organismos relacionados às boas práticas de fabricação, como as bactérias mesófilas e os bolores e leveduras (WHO, 1998). Para essas contagens, os produtos analisados também apresentaram resultados satisfatórios.

### 3.3.5 Morfologia e microestruturas

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresentadas na Figura 2.5, correspondem às partículas produzidas por *spray-dryer* com temperatura de ar de 185 °C e vazão mássica de 200 g/minuto. As partículas do mate solúvel apresentam uma distribuição irregular de formatos, com tamanho entre 3 e 15 µm, aproximadamente.

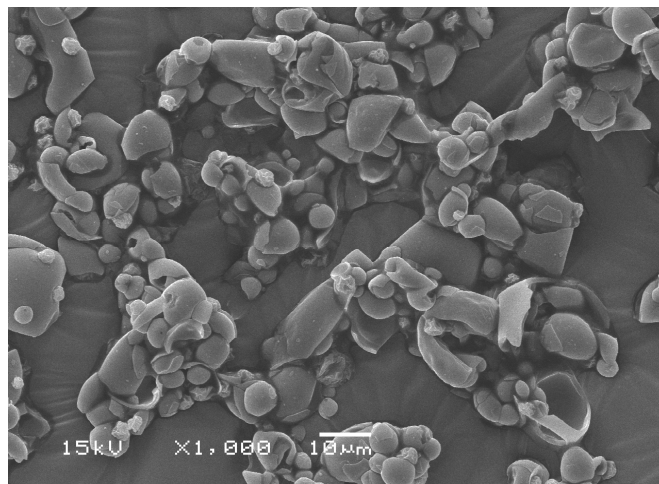


FIGURA 2.5 - PARTÍCULAS DA ERVA-MATE SOLÚVEL OBTIDAS POR SPRAY-DRYER.

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), JEOL MOD. JSM-6360 LV.

O tamanho da partícula é uma característica importante em vários aspectos para os alimentos em pó, como por exemplo, no processamento, manipulação e na determinação de sua vida de prateleira. Dependendo do produto, o tamanho das partículas pode influenciar atributos sensoriais de sabor, cor, textura e aroma do produto final. Para o consumidor essas características interferem na preferência e/ou aceitabilidade de um determinado produto, tornando-o viável ou não do ponto de vista econômico. O tamanho das partículas também influencia o escoamento dos pós, sua capacidade de reidratação, solubilidade e dispersibilidade, bem como a mistura de componentes e a compactação, na qual as partículas menores permanecem distribuídas na parte inferior e as partículas maiores, na parte superior do produto em pó (MEILGAARD et al., 1991; O'HAGAN et al., 2005).

De acordo com a Figura 2.5, as partículas apresentaram o formato que lembram uma esfera, porém com grande fragmentação das estruturas. Os pós produzidos por *spray-dryer* normalmente apresentam um formato esférico característico. Segundo Walton (2000), é difícil avaliar de um modo geral o efeito que as variáveis do processo de secagem por *spray-dryer* exercem sobre a morfologia das partículas. A falta de informações na literatura e a natureza específica de cada material torna difícil a classificação das propriedades morfológicas em relação ao processo de secagem, uma vez que a natureza físico-química do produto formado durante a secagem determina as características da partícula.

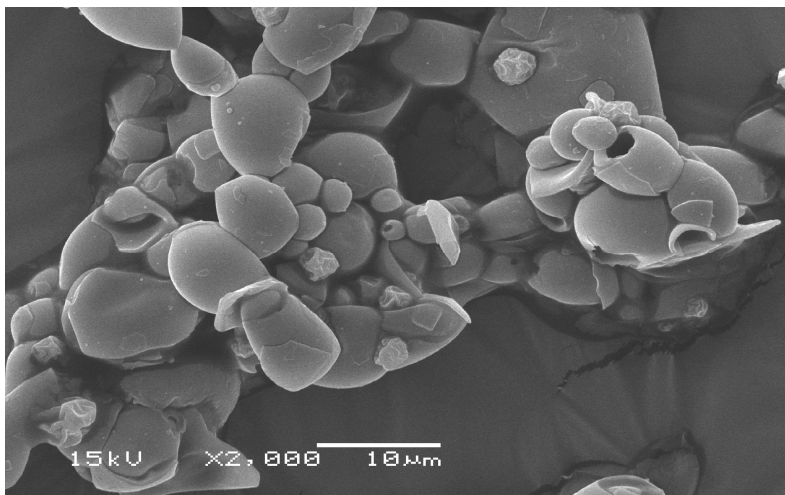


FIGURA 2.6 - SUPERFÍCIE DAS PARTÍCULAS DA ERVA-MATE SOLUVEL.

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV.

De acordo com a Figura 2.6, as superfícies das partículas foram predominantemente lisas, embora algumas tenham apresentado uma superfície rugosa com dobras e camadas sobrepostas. Segundo Thies (2001), as depressões que aparecem na superfície são formadas devido à contração das partículas durante a secagem e o resfriamento. Para uma determinada condição de secagem, as partículas podem inchar, encolher ou quebrar, dependendo das propriedades reológicas e da porosidade da partícula formada.

A formação de partículas ocas, conforme observado na Figura 2.6, também é uma característica comum em partículas produzidas por *spray-dryer*. Segundo Ré (1998), a formação deste vazio no interior da partícula está relacionada à expansão sofrida pela mesma durante os estágios finais do processo de secagem.



#### **4 CONCLUSÕES**

A erva-mate solúvel (extrato de mate) obtida apresentou um alto conteúdo de compostos fenólicos e metilxantinas, o que caracteriza o produto com propriedades químicas e funcionais para uso e aplicação no desenvolvimento de novos produtos. O produto apresentou valores de umidade e atividade de água abaixo dos limites considerados para boa estabilidade e conservação de produtos desidratados.

A erva-mate solúvel apresentou um índice e solubilidade acima de 96% o que é sugestivo para denominar o produto, nesse caso designado como erva-mate solúvel. A alta higroscopicidade do produto é um fator limitante para estabilidade do produto. Portanto, será necessário considerar um apropriado sistema de acondicionamento e embalagem para adequada manutenção das características sensoriais e tecnológicas do produto.

## REFERÊNCIAS

AACC. AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. Dietary Fiber Technical Committee. The definition of dietary fiber. **Cereal Foods World**, v. 46, n. 3, p. 112-129, May/June 2001.

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. 17<sup>th</sup>. ed. Gaithersburg. 2000. v. 2.

APHA. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Compendium of Methods for the Microbiological of Foods**. 3. ed., Washington: APHA, 1992. 914 p.

ATHAYDE, M.L. **Metilxantinas e saponinas em quatro populações de *Ilex Paraguariensis* A. St. Hil; triterpenos e saponinas em outras espécies do gênero *Ilex***. 2000. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 232p.

BERTÉ, K.A.S.; FREITAS, R.J.S.; RUCKER, N.A.; RAPACCI, M. Vida-de-prateileira: microbiologia da erva-mate chimarrão. **Acta Farmacéutica Bonaerense**, v. 25, p. 95-98, 2006.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n.º 12 de 2 de janeiro de 2001. Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. **Diário Oficial [da] Republica Federativa do Brasil**, Brasília, 2 de janeiro de 2001.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n.º 360 de 23 de dezembro de 2003. Regulamento Técnico sobre Rotulagem Nutricional de Alimentos Embalados, tornando obrigatória a rotulagem nutricional. **Diário Oficial [da] Republica Federativa do Brasil**, Brasília, 26 de dezembro de 2003.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n. 277 de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para café, cevada, chá, erva-mate e produtos solúveis. **Diário Oficial [da] Republica Federativa do Brasil**, Brasília, 23 de setembro de 2005.

BRENELLI, E.C.S. A extração de cafeína em bebidas estimulantes – uma nova abordagem para um experimento clássico em química orgânica. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p. 136-138, 2003.

BRUNETON, J. **Pharmacognosie et phytochimie de plantes medicinales**. 2.ed., Paris: Lavoisier, 1993.

BURGARDT, A.C. **Desenvolvimento de uma bebida, utilizando extrato de erva-mate verde (*Ilex paraguariensis*)**. 2000. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR. 113p.

CAI, Y.Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 1248-1252, 2000.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P.C.; RAMOS, A.M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, p. 420-428, 2005.

CÁNOVAS, G.V.B.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**, Boca Raton: Taylor & Francis, p. 39-71, 2005.

CECCHI, H.M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**, 2.ed., Campinas: UNICAMP, 2003.

CHANDRA, S.; MEJIA, G.E. Polyphenolic compounds, antioxidant capacity, and quinone reductase activity of an aqueous extract of *Ardisia compressa* in comparison to Mate (*Ilex paraguariensis*) and green (*Camellia sinensis*) teas. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 3583–3590, 2004.

CLIFFORD, M.N.; RAMIREZ-MARTINEZ, J.R. Chlorogenic acids and purine alkaloid content of maté (*Ilex paraguariensis*) leaf and beverage. **Food Chemistry**, v. 35, n. 1, p. 13-21, 1990.

DECAGON DEVICES INC. **Water activity meter**: operator's manual. 3. ed., Pullman, WA: Decagon, 2001. 185p.

DUTRA, F.L.G.; HOFFMANN-RIBANI, R.; RIBANI, M. Determinação de compostos fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência isocrática durante estacionamento da erva-mate. **Química Nova**, v. 33, p. 119-123, 2010.

DUTRA, F.L.G. **Compostos fenólicos e metilxantinas em erva-mate armazenada em sistemas de estacionamento natural e acelerado**. 2008. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 73p.

DZIEZAK, J.D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, v. 42, n. 4, p. 136-148, 1988.

EASTMAN, J.E.; MOORE, C.O. Cold water soluble granular starch for gelled food compositions. US Patent, 4, p. 465-702, 1984.

ESMELINDRO, M.C.; TONIAZZO, G.; WACZUK, A.; DARIVA, C.; OLIVEIRA, D. Caracterização físico-química da erva-mate: Influência das etapas do processamento industrial. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 22, n. 2, p. 193-204, 2002.

ESMELINDRO, A.A.; GIRARDI, J.S.; MOSSI, A.; JACQUES, R.A.; DARIVA, C. Influence of agronomic variables on the composition of mate tea leaves (*Ilex paraguariensis*) extracts obtained from CO<sub>2</sub> extraction at 30 °C and 175 bar. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 1990-1995, 2004.

**FARMACOPEIA BRASILEIRA**. 5. ed., volume I. Brasília: ANVISA, 2010.

FILIP, R.; LOPEZ, P.; GIBERTI, G.; COUSSIO, J.; FERRARO, G. Phenolic compounds in seven South American *Ilex* species. **Fitoterapia**, v. 72, p. 774-778, 2001.

GAUDY, D.; PUECH, A.; JACOB, M. Role de l'adjuvant dans l'optimisation de la production d'un extrait sec vegetal nebulise: cas de l'extrait de noix vomique. **Pharmaceutica Acta Helvetiae**, v. 66, n 1, p. 5-10, 1991.

GOULA, A.M.; ADAMOPOULOS, K.G.; KAZAKIS, N.A. Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. **Drying Technology**, v. 22, p. 1129-1151, 2004.

GNOATTO, S.C.B.; BASSANI, V.L.; COELHO, G.C.; SCHENKEL, E.P. Influência do método de extração nos teores de metilxantinas em erva-mate (*Ilex paraguariensis* A.St.-Hil., Aquifoliaceae). **Química Nova**, v. 30, p. 304-307, 2007.

HEINRICHS, R.; MALAVOLTA, E. Composição mineral do produto comercial da erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.). **Ciência Rural**, v. 31, p. 781-785, 2001.

HOFFMANN-RIBANI, R. **Compostos fenólicos em erva-mate e frutas**. 2006. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP. 137p.

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas: métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 5. ed., São Paulo: IAL, 2005. v. 1, 533p.

LANNES, S.C.S.; MEDEIROS, M.L. Processamento de *achocolatado* de cupuaçu por *spray-dryer*. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, p. 115-123, 2003.

LEPREVOST, A. **Química e tecnologia da erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.)**. Boletim técnico n. 53, Curitiba: TECPAR, 1987. 53p.

LIST, P.H.; SCHMIDT, P.C. **Phytopharmaceutical technology**. Boca Raton: CRC, 1989.

MACCARI JUNIOR, A. Câmara Setorial da Cadeia Produtiva da Erva-Mate. **Produtos alternativos e desenvolvimento da tecnologia industrial na cadeia produtiva da erva-mate**. Curitiba: PADCT, 2000. Série PADCT III, n.1, 160p.

MACCARI JUNIOR, A. **Análise do pré-processamento da erva-mate para chimarrão**. 2005. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 215p.

MAZZAFERA, P. Caffeine, theobromine and theophylline distribution in *Ilex paraguariensis*. **Revista Brasileira de Fisiologia Vegetal**, v. 6, p. 149-151, 1994.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. **Sensory Evaluation Techniques**. 2.ed., Florida-USA: CRC Press, 1991. 354p.

MONTEIRO, M.; TRUGO, L.C. Determinação de compostos bioativos em amostras comerciais de café torrado. **Química Nova**, v. 28, p. 637-641, 2005.

MSTATC. Michigan States University. **MSTATC versão 2.10**. East Lansing, MI, 1989. 2 disquetes 3 ½ pol., MSDOS.

NISHIKAWA, D.O.; ZAGUE, V.; PINTO, C.A.S.O.; VIEIRA, R.P.; KANEKO, T.M.; VELASCO, M.V.R.; BABY, A.R. Avaliação da estabilidade de máscaras faciais peel-off contendo rutina. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica Aplicada**, v. 28, n. 2, p. 227-232, 2007.

NOGUEIRA, M.; TRUGO, L.C. Distribuição de isômeros de ácido clorogênico e teores de cafeína e trigonelina em cafés solúveis brasileiros. **Ciência e Tecnologia Alimentos**, v. 23, p. 296-299, 2003.

O'HAGAN, P.; HASAPIDIS, K.; CODER, A.; HELSING, H.; POKRAJAC, G. Particle size analysis of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**. Boca Raton: Taylor & Francis, p.215-245, 2005.

RÉ, M.I. Microencapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v. 16, n. 6, p. 1195-1236, 1998.

SARANTÓPOULOS, C.I.G.L.; OLIVEIRA, L.M.; CANAVESI, E. **Requisitos de conservação de alimentos em embalagens flexíveis**. Campinas: CETEA, 2001. 213p.

SILVA, F.A. **Avaliação tecnológica e atividade antioxidante de produtos secos por spray-drying de Ilex paraguariensis A.St. Hil. – Aquifoliaceae (erva-mate)**. 2007. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 243p.

SIMÕES, C.A.M.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. **Farmacognosia da Planta ao Medicamento**. 3.ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, 2001. 833p.

SINGLETON, V.L.; ROSSI, J.A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal Enology Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

STRAATSMA, J.; VAN HOUWELINGEN, G.; STEENBERGEN, A. E.; DE JONG, P. Spray drying of food products: 1. Simulation model. **Journal Food Engineering**, v. 42, p. 67-72, 1999.

SUZUKI, T.; ASHIARA, H.; WALLER, R. Purine and purine alkaloid metabolism in *Camellia* and *Coffea* plants. **Phytochemistry**, v. 31, p. 2575-2584, 1992.

THIES, C. Microencapsulation: what it is and purpose. In: VILSTRUP, P. **Microencapsulation of food ingredients**. Surrey: Leatherhead Publishing, p. 1-30, 2001.

TOCI, A.; FARAH, A.; TRUGO, L.C. Efeito do processo de descafeinação com diclorometano sobre a composição química dos cafés arábica e robusta antes e após a torração. **Química Nova**, v. 29, p. 965-971, 2006.

VALDUGA, A.T.; FINZER, J.R.D.; MOSELE, S.H. **Processamento de Erva-mate**. Erechim: Edifapes, 2003. 182p.

VIEIRA, M.A.; ROVARIS, A.A.; MARASCHIN, M.; SIMAS, K.N.; PAGLIOSA, C.M.; PODESTA, R.; AMBONI, R.D.M.C.; BARRETO, P.L.M.; AMANTE, E.R. Chemical characterization of candy made of erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.) residue. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 4637-4642, 2008.

VOIGT, R. **Pharmazeutische Technologie**. 9.ed., Stuttgart: Deutsch Apotheker, 2005.

WALTON, D.E. The morphology of spray-dried particles a qualitative view. **Drying Technology**, v. 18, n. 9, p. 1943-1986, 2000.

WATT, B.; MERRILL, A.L. **Composition of Foods: Raw, Processed, Prepared, USDA Nutrient Data Laboratory**. Bethesda, MD: USDA, 1999.

WHO. WORLD HEALTH ORGANIZATON. **Quality control methods for medicinal plant materials**. Geneva: WHO, 1998. 115p.

## **CAPÍTULO 3**

### **EXTRATO ANTIOXIDANTE DE ERVA-MATE**

KLEBER BERTÉ, MARCIA BEUX, PATRICIA SPADA, MIRIAM SALVADOR,  
ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI

Artigo aceito para publicação

JOURNAL OF AGRICULTURAL AND FOOD CHEMISTRY

ISSN 1520-5118

JCR 2.816

## COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DO EXTRATO DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil., Aquifoliaceae) OBTIDO POR SPRAY DRYING

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, MARCIA R. BEUX<sup>2</sup>, PATRICIA K.W.D.S. SPADA<sup>3,4</sup>,  
MIRIAM SALVADOR<sup>3</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
2. Departamento de Patologia Básica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
3. Instituto de Biotecnologia, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, RS, Brazil.
4. Curso de Biomedicina, Faculdade da Serra Gaúcha, Caxias do Sul, RS, Brazil

### RESUMO

As folhas da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hill, Aquifoliaceae) são utilizadas devido às suas propriedades funcionais e tecnológicas como antioxidante, aromatizante, antimicrobiano e estimulante. Os principais constituintes químicos da erva-mate são os compostos fenólicos. Este trabalho teve como objetivo desenvolver o extrato seco de erva-mate e determinar a atividade antioxidante e catalase-like. A atividade antioxidante por DPPH do extrato apresentou IC<sub>50</sub> de 2,52 mg/ml e foi 99,04% superior à vitamina C (IC<sub>50</sub> = 260,4 mg/ml). A forte presença da atividade de catalase (CAT-like) caracterizou o extrato de erva-mate como eficiente removedor de radicais livres. O extrato apresentou 178,32 mg/g de compostos fenólicos totais, 5,38 mg/g de rutina, 1,54 mg/g de ácido cafeico e 91,40 mg/g de ácido 5-cafeoilquínico. O estudo revelou que o extrato seco de erva-mate obtido por *spray-dryer* apresenta compostos químicos com propriedades antioxidantes.

**Palavras-chave:** tecnologia de alimentos, catalase-like, compostos fenólicos, erva-mate, *Ilex paraguariensis*.



**CHEMICAL COMPOSITION AND ANTIOXIDANT ACTIVITY OF YERBA-MATE  
(*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil., Aquifoliaceae) EXTRACT AS OBTAINED  
BY SPRAY DRYING**

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, MARCIA R. BEUX<sup>2</sup>, PATRICIA K.W.D.S. SPADA<sup>3,4</sup>,  
MIRIAN SALVADOR<sup>3</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Department of Food Technology-PPGTA, Federal University of Paraná, Curitiba, PR, Brazil.

2. Department of Pathology, Federal University of Paraná, Curitiba, PR, Brazil.

3. Instituto de Biotecnologia, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, RS, Brazil.

4. Curso de Biomedicina, Faculdade da Serra Gaúcha, Caxias do Sul, RS, Brazil

**ABSTRACT**

Yerba-mate or maté (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil., Aquifoliaceae) leaves are typically used for their stimulant, antioxidant, antimicrobial, and diuretic activity, presenting as principal components polyphenolic compounds. In this study, the objective was to develop a yerba-mate dry extract by using spray drying technology and to evaluate the dry extract antioxidant activity and chemical composition. The results obtained by means of the DPPH assay show that the extract presents an IC<sub>50</sub> of 2.52 mg/mL. The yerba-mate spray-dried extract presents high catalase-like activity, suggesting that it is a strong free-radical scavenger. The antioxidant activity as expressed as catalase-like activity was related to total polyphenol content. In addition, the results show that the spray-dried extract presents high polyphenol content, namely, high concentrations of caffeic acid (1.54 mg/g), 5-caffeoylquinic acid (91.40 mg/g), rutin (5.38 mg/g), and total phenolics (178.32 mg/g), which justifies its high antioxidant activity.

**Keywords:** food technology, catalase-like, polyphenols, erva-mate, *Ilex paraguariensis*

## 1 INTRODUÇÃO

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) é uma árvore da família Aquifoliaceae nativa da América do Sul (ALIKARIDIS, 1987). Essa árvore ocupa uma região do território Sul-Americano de aproximadamente 540.000 km<sup>2</sup>, situada entre o Brasil, Argentina e Paraguai (ROTTA; OLIVEIRA, 2005). O consumo do mate, principalmente sob a forma de chimarrão, é um hábito alimentar de importante caracterização cultural de muitos países Sul-Americanos (MACCARI, 2000).

A erva-mate é listada pelo *Council of Europe* como uma fonte natural de aroma para alimentos. A categoria N2 para aromas indica que a erva-mate pode ser adicionada aos alimentos em pequenas quantidades, com uma possível limitação devido à presença de compostos químicos no produto final. Na América do Sul, a erva-mate é comumente consumida como bebida e apresenta um sabor menos adstringente do que o chá verde (*Camellia sinensis*). Nos Estados Unidos, a erva-mate é listada como segura para consumo em alimentos, GRAS (*Generally Recognised as Safe*) (NEWALL et al., 1996).

Os estudos fitoquímicos com a erva-mate indicam a presença de diferentes grupos químicos, como saponinas, alcalóides, compostos fenólicos e óleo essencial. Os principais compostos fenólicos encontrados nas folhas de erva-mate são os derivados do ácido clorogênico (ácido 5-cafeoilquínico e ácido cafeico) e os flavonóides com destaque para rutina (FILIP et al., 2001; HOFFMANN-RIBANI, 2006). As substâncias químicas da erva-mate apresentam propriedades funcionais e tecnológicas, tais como: antioxidante, estimulante, antimicrobiano e aromatizante, ampliando as possibilidades de seu aproveitamento, além do tradicional chimarrão, com aplicações na indústria cosmética, farmacêutica e alimentícia (NEWALL; ANDERSON; PHILLIPSON, 1996; ALONSO, 1998; BLUMENTHAL, 1998).

Os compostos fenólicos são considerados agentes antioxidantes naturais presentes nos vegetais na forma livre e ligada a açúcares (glicosídeos) e proteínas (ROSS; KASUM, 2002; SIMÕES et al., 2003; ATOUI et al., 2005), sendo os antioxidantes mais abundantes da dieta humana. O consumo médio pode atingir 1 g/dia em uma dieta que inclua frutas, hortaliças, chá e vinho tinto. Pela distribuição abundante em plantas, os efeitos destes compostos na saúde humana tornaram-se foco de atenção a partir da década de 90 (MANACH et al., 2004).

As ações fisiológicas exercidas pelos compostos fenólicos estão relacionadas à redução do risco de doenças em função da elevada capacidade antioxidante (SCALBERT et al., 2005). Os compostos fenólicos exibem diversas propriedades fisiológicas (como antialérgica, antiarteriogênica, anti-inflamatória, antimicrobiana), mas o principal efeito dos polifenóis tem sido atribuído à sua ação antioxidante (BALASUNDRAM et al., 2006). Estudos epidemiológicos têm demonstrado uma associação inversa entre o consumo diário de frutas e hortaliças e o risco de doenças. O efeito protetor das frutas e hortaliças é atribuído à presença de substâncias antioxidantes, como compostos fenólicos, carotenoides e vitamina C. Os antioxidantes apresentam diferentes mecanismos de ação, incluindo a complexação de íons metálicos, inativação de radicais livres e decomposição de peróxidos (ROSS; KASUM, 2002; ATOUI et al., 2005).

A erva-mate é uma fonte potencial de compostos fenólicos. O chimarrão é a infusão das folhas secas e moídas da *Ilex paraguariensis*, muito apreciada por seu sabor amargo característico. Essa bebida típica e com propriedades antioxidantes é consumida em vários países da América do Sul. Os compostos fenólicos presentes na erva-mate apresentam atividade antioxidante tanto *in vitro* como *in vivo*, sendo capaz de eliminar radicais livres e espécies reativas de oxigênio (ERO) (GUGLIUCCI, 1996; FILIP et al., 2000; SCHINELLA et al., 2000).

A erva-mate é exportada para os Estados Unidos, Ásia e Europa, na forma desidratada ou como extrato concentrado, sendo utilizada em diversas preparações das áreas alimentícias, cosmética ou farmacêutica. Há um número crescente de novos produtos desenvolvidos à base de erva-mate, bem como um crescente interesse no produto por países cuja população não consome tradicionalmente erva-mate como chá (BASTOS et al., 2007; DE MEJIA et al., 2010).

Nos alimentos, os antioxidantes são adicionados para minimizar as alterações no sabor, aroma, cor e valor nutricional. Os antioxidantes sintéticos, comumente empregados na indústria de alimentos, são eficazes e estáveis, entretanto, a sua utilização é limitada em muitos países (SCHINELLA et al., 2000). Nesse sentido, o presente trabalho teve por objetivo produzir por *spray-dryer* um extrato antioxidante de erva-mate, determinar o conteúdo de compostos fenólicos e a sua atividade antioxidante.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 PREPARO DO EXTRATO DE ERVA-MATE

#### 2.1.1 Matéria-prima vegetal

As folhas *in natura* da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St-Hil.) foram obtidas de plantas com 15 anos de idade, de sistema adensado (nativa e cultivada), provenientes do município de São Mateus do Sul-PR, cedidas pela empresa Baldo S/A. As folhas frescas foram submetidas ao processamento agroindustrial, padronizado pela indústria para obter a erva-mate beneficiada tipo chimarrão. Uma exsicata da planta foi identificada pela professora Dr<sup>a</sup>. Elide Pereira dos Santos do Departamento de Botânica da Universidade Federal do Paraná. Voucher Lenchinski, L.F., n. 1; coletado em 16/11/2010, depositado no herbário (UPCB).

#### 2.1.2 Processo de extração e secagem

Para obtenção do extrato líquido, foi utilizada uma proporção de erva-mate tipo chimarrão e água de 1:3 (p/v), e mantido em decocção durante 30 minutos à temperatura de 85 °C (BURGARDT, 2000). O extrato líquido obtido foi submetido à secagem em *spray-dryer* para obter o extrato em pó de erva-mate. O *spray-dryer* utilizado foi o modelo K 22/27 do fabricante Kohls com o bico do atomizador de 3 mm. As condições operacionais de secagem foram temperatura do ar de entrada 185 °C e de saída 83 °C, pressão do ar de 4,5 bar, vazão média do ar de secagem de 5,5 m<sup>3</sup>/h e vazão mássica de alimentação de 200 g/minuto.

## 2.2 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS

### 2.2.1 Determinação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante foi determinada com o teste que avalia a capacidade da amostra em doar hidrogênio para o radical livre 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH<sup>\*</sup>). A redução desse radical cromóforo modifica a coloração da solução original de violeta intensa para amarela, proporcional à concentração de compostos antioxidantes presentes na amostra (BLOIS, 1958). Para tanto, 200 µL das soluções do extrato seco de erva-mate, em diferentes concentrações (10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 e 75 mg/mL) foram misturados com 800 µL de uma solução tampão Tris HCl 100 mM, pH 7,4. A essa mistura foram adicionados 1000 µL da solução etanólica de DPPH 500 µM e mantidos por 20 minutos ao abrigo da luz. Após esse período foi determinada a absorbância a 517 nm em espectrofotômetro (modelo UV-1700, Shimadzu, Kyoto, Japão). Para o branco, a amostra de erva-mate foi substituída por água destilada (YAMAGUCHI et al., 1998). O ácido ascórbico (10,0-75,0 mg/mL,  $r^2=0,9962$ ) foi utilizado como controle positivo. Os resultados foram expressos em IC<sub>50</sub>, ou seja, quantidade de amostra necessária para reduzir 50% do radical DPPH.

### 2.2.2 Determinação da atividade CAT-like e SOD-like

As células dispõem de um mecanismo de defesa contra as espécies reativas de oxigênio (ERO) que são produzidas na cadeia respiratória. São conhecidas como defesas primárias, que incluem as enzimas superóxido dismutase (SOD) e catalase (CAT). A enzima SOD é responsável por catalisar a reação de radicais superóxido com formação do peróxido de hidrogênio, que é menos reativo e pode ser eliminado por ação da enzima CAT. A catalase é a enzima responsável por inativar o H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (EATON, 1991; HALLIWELL, 1996). O método de medida para a atividade da catalase (CAT-like) foi adaptado por AEBI (1984), onde a velocidade de decomposição da H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> é determinada espectrofotometricamente a 240 nm, durante 180 segundos. Os resultados são expressos em nmol de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/min. A atividade superóxido dismutase (SOD-like) foi determinada espectrofotometricamente a

480 nm no extrato de erva-mate. O método determina a formação do adrenocromo proveniente da oxidação da adrenalina em presença de ácido clorídrico (BANNISTER; CALABRESE, 1987). O ácido ascórbico (100,0 mcg/mL) foi utilizado como controle positivo.

### 2.2.3 Determinação de compostos fenólicos totais

O conteúdo de polifenóis totais foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu (SINGLETON; ROSSI, 1965). Os resultados obtidos foram calculados utilizando a relação da curva analítica que relaciona a concentração do padrão em função da absorbância, expressos em mg de catequina/g de amostra.

### 2.2.4 Determinação de compostos fenólicos por CLAE

O teor dos compostos fenólicos (ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA), ácido cafeico e rutina) no extrato de erva-mate em pó foi determinado em sistema de cromatografia a líquido de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu, equipado com injetor manual Rheodyne de 20µL, bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A), operando em 325 e 370 nm, controlado pelo Software Class-VP. A análise foi conduzida em coluna Bondclone® C-18 (3,9 X 300 mm, 10 µm) da Phenomenex, utilizando metanol:água (35:65, v/v com 0,5% ácido acético) como fase móvel, num fluxo de 1 mL min<sup>-1</sup>. A quantificação foi realizada por padronização externa. Todas as determinações foram conduzidas em triplicata e os padrões de ácidos fenólicos (ácido cafeico, 5-CQA e rutina) adquiridos da marca Sigma (DUTRA et al., 2010).

## 2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados das determinações analíticas foram analisados pelo Programa Estatístico MSTATC (versão 2.10 sistema DOS) da *Michigan State University* (MSTATC, 1989), cedido pelo Laboratório de Informática do Setor de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Paraná.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 COMPOSTOS FENÓLICOS

Os resultados da determinação de compostos fenólicos totais (Folin-Ciocalteu), rutina, ácido cafeico e ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA) demonstraram que o processo de extração por decocção (85 °C /30 minutos) e secagem por *spray-dryer* resultou em um produto com elevado conteúdo de compostos fenólicos (Tabela 3.1). O conteúdo de compostos químicos pode ser considerado um indicador de rendimento utilizado para avaliar a eficiência do processo de extração. A variação no conteúdo de compostos químicos está associada a fatores como pH, tempo e temperatura de extração, grau de divisão da erva-mate (granulometria) e proporções utilizadas de solvente (água) e erva-mate (BURGARDT, 2000; VALDUGA et al., 2003).

TABELA 3.1 - COMPOSTOS FENÓLICOS PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE

DETERMINAÇÕES	EXTRATO DE ERVA-MATE
Compostos fenólicos totais (mg/g)	178,32 ± 7,35
Rutina (mg/g)	5,38 ± 0,09
Ácido cafeico (mg/g)	1,54 ± 0,11
Ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA) (mg/g)	91,40 ± 1,75

Valores representam a média ± DP para determinações em triplicata.

FONTE: O autor (2011).

O desenvolvimento tecnológico do extrato de erva-mate por secagem em *spray-dryer* permitiu obter um produto seco, homogêneo e com maior concentração de compostos químicos. Além desses atributos, o extrato em pó obtido por essa técnica apresenta melhores características tecnológicas e maior estabilidade química e microbiológica, quando comparado ao extrato líquido (LIST et al., 1989; MASTERS, 1991). A utilização do método de *spray-dryer* possibilita a padronização do extrato seco de erva-mate, permitindo sua fácil aplicação no desenvolvimento de novas formulações alimentícias.

Segundo Shahidi et al. (1992), os compostos fenólicos atuam como antioxidantes sequestradores de radicais livres e quelantes de metais, apresentando ação tanto na etapa de iniciação quanto na propagação do processo oxidativo.

Dessa forma, os compostos fenólicos impedem a oxidação de vários ingredientes do alimento, o que justifica seu uso em alimentos com alto teor de lipídeos. Nesse sentido, o extrato aquoso da erva-mate tem sido utilizado como fonte de compostos fenólicos com função antioxidante para produtos alimentícios, como salame de carne suína (CAMPOS et al., 2007) e carne de frango (RACANICCI et al., 2008).

No desenvolvimento e processamento de produtos alimentícios, muitas vezes, é necessário o uso de aditivos com diferentes funções. Os aditivos alimentares apresentam grande utilidade quando usados dentro dos limites qualitativos e quantitativos recomendados pela FAO/WHO, principalmente os conservantes e antioxidantes, que contribuem para conservação dos alimentos e impedem o desperdício (BRASIL, 2010).

### 3.2 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

Os resultados da atividade antioxidante por DPPH (IC<sub>50</sub>) e da atividade de catalase (Tabela 3.2) demonstram o potencial antioxidante do extrato de erva-mate *in vitro*, que apresentou um valor considerável de IC<sub>50</sub> de 2,52 mg/mL. O mesmo teste foi realizado com o ácido ascórbico (vitamina C) como padrão e apresentou valor de IC<sub>50</sub> de 260,9 mg/mL. De acordo com os resultados obtidos, foi observado que o extrato de erva-mate apresentou 99,04% superior à vitamina C. Quanto maior o potencial em sequestrar radicais livres, menor será o valor de IC<sub>50</sub>. Dessa forma, uma pequena quantidade do extrato de erva-mate foi capaz de inibir a oxidação do radical DPPH em 50%.

TABELA 3.2 - ATIVIDADE ANTIOXIANTE PARA EXTRATO DE ERVA-MATE.

DETERMINAÇÕES	EXTRATO DE ERVA-MATE	ÁCIDO ASCÓRBICO
DPPH IC <sub>50</sub> (mg/mL)	2,52 ± 0,51	260,9 ± 0,12
CAT-like (nmol de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> /minuto)	22,80 x 10 <sup>2</sup> ± 31,82	30,00 ± 0,01
SOD-like (μL)	Não detectado	41,98 ± 1,16

Valores da média ± DP (n = 3).

FONTE: O autor (2011).



Segundo Carini et al. (1998), a capacidade de captar o radical DPPH pelos compostos químicos da erva-mate está na sua habilidade de transferir o hidrogênio para esse radical livre, e que sua atividade antioxidante é superior ou igual à vitamina E, ácido clorogênico puro e ácido ascórbico. Bixby et al. (2005) avaliaram a atividade antioxidante de vinhos e diferentes extratos de plantas, e encontraram os melhores resultados para o extrato de erva-mate verde que atua como um potente captador de radicais livres.

De acordo com Rice-Evans et al. (1997), a capacidade antioxidante de compostos fenólicos é devido, principalmente, às suas propriedades redutoras, cuja intensidade da ação exibida por esses fitoquímicos é diferenciada, uma vez que depende do número e posição das hidroxilas presentes na molécula.

A propriedade antioxidante também pode ser avaliada pela habilidade em decompor o peróxido de hidrogênio, conforme demonstrado pela atividade da enzima catalase e substâncias *CAT-like*. As enzimas catalase (CAT) e superóxido dismutase (SOD) atuam como sequestradoras das espécies reativas de oxigênio (HALLIWELL, 1991). Os resultados demonstram que o extrato de erva-mate não apresenta atividade de superóxido dismutase *SOD-like*, porém, apresenta forte atividade como catalase *CAT-like* o que caracteriza o produto como removedor de radicais livres, evidenciando sua potencial propriedade antioxidante.

Alguns estudos descrevem uma correlação positiva entre a elevação da atividade dessas enzimas e o consumo de especiarias, frutas e outros vegetais com potencial antioxidante (CHUN et al., 2005; WANG et al., 2005). Segundo Rover Junior et al. (2001), a atividade das enzimas antioxidantes depende do equilíbrio entre fatores que levam à sua ativação ou inativação, de forma que a indução das enzimas antioxidantes representa um fator protetor contra a geração de radicais livres. Anesini et al. (2005) avaliaram extratos de *Ilex paraguariensis* e verificaram que o extrato aquoso dessa espécie também apresentou atividade antioxidante (peroxidase-like) semelhante à ação da enzima peroxidase, demonstrando que essa atividade está relacionada com o conteúdo de compostos fenólicos.

Os compostos fenólicos encontrados em diferentes produtos apresentam atividade antioxidante e são considerados eficientes captadores de radicais livres como demonstrado em estudos com café (CAMMERER; KROH, 2006), polpa de frutas (SPADA et al., 2008), cacau, chá verde e vinho tinto (LEE et al., 2003), plantas

medicinais e especiarias (MORAIS et al., 2009) e erva-mate (BASTOS et al., 2006).

#### **4 CONCLUSÕES**

O estudo revelou que o extrato em pó de erva-mate verde apresenta um elevado conteúdo de compostos fenólicos, o que explicaria sua eficiente atividade antioxidante, demonstrada pela atividade captadora de radical DPPH ( $IC_{50}$ ) e atividade antioxidante como catalase (*catalase-like*). O extrato em pó de erva-mate pode ser considerado um antioxidante natural, com possibilidades de substituição total ou parcial de antioxidantes sintéticos no desenvolvimento de novos produtos.

## REFERÊNCIAS

- AEBI, H. Catalase in vitro. **Methods Enzymology**, v. 105, p. 121-126, 1984.
- ALIKARIDIS, F. Natural constituents of Ilex species. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 20, p. 121-144, 1987.
- ALONSO, J.R. **Tratado de Fitomedicina**. Buenos Aires: ISIS, p. 992-995, 1998.
- ANESINI, C., FERRARO, G., FILIP, R. Peroxidase-like activity of *Ilex paraguariensis*. **Food Chemistry**, v. 97, p. 459-464, 2005.
- ATOUI, A.K.; MANSOURI, A.; BOSKOU, G.; KEFALAS, P. Tea and herbal infusions: their antioxidant activity and phenolic profile. **Food Chemistry**, v. 89, p. 27-36, 2005.
- BALASUNDRAM, N.; SUNDRAM, K.; SAMMAN, S. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: antioxidant activity, occurrence, and potential uses. **Food Chemistry**, v. 99, p. 191-203, 2006.
- BANNISTER, J.V.; CALABRESE, L. Assays for SOD. **Methods of Biochemical Analysis**, v. 32, p. 279-312, 1987.
- BASTOS, D.H.M.; ISHIMOTOA, E.Y.; MARQUES, M.O.M.; FERRI, A.F.; TORRES, E.A.F.S. Essential oil and antioxidant activity of green mate and mate tea (*Ilex paraguariensis*) infusions. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 19, p. 538-543, 2006.
- BASTOS, D.H.M., OLIVEIRA, D.M.; MATSUMOTO, R.L.T.; CARVALHO, P.O.; RIBEIRO, M.L. Yerba maté: Pharmacological properties, research and biotechnology. **Medicinal and Aromatic Plant Science and Biotechnology**, v. 1, p. 37-46, 2007.
- BIXBY, M. ; SPIELER, L. ; MENINI, T.; GUGLIUCCI, A. *Ilex paraguariensis* extracts are potent inhibitors of nitrosative stress: a comparative study with green tea and wines using a protein nitration model and mammalian cell cytotoxicity. **Life Science**, v. 77, p. 345-58, 2005.
- BLOIS, M.S. Antioxidant determination by the use of a stable free radical. **Nature**, v. 181, p. 1199-1200, 1958.
- BLUMENTHAL, M. **The complete German Commission E Monographs**. Austin: American Botanical Council, p. 167-168, 1998.
- BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n.º 45 de 3 de novembro de 2010. Regulamento técnico sobre aditivos alimentares autorizados segundo as Boas Práticas de Fabricação (BPF). **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 5 de novembro de 2010.

BURGARDT, A.C. **Desenvolvimento de uma bebida, utilizando extrato de erva-mate verde (*Ilex paraguariensis*)**. 2000. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR. 113p.

CAMMERER, B.; KROH, L.W. Antioxidant activity of coffee brews. **European Food Research Technology**, v. 223, p. 469–474, 2006.

CAMPOS, R.M.L.; HIERRO, E.; ORDONEZ, J.A.; BERTOL, T.M.; TERRA, N.N.; HOZ, L. Fatty acid and volatile compounds from salami manufactured with yerba mate (*Ilex paraguariensis*) extract and pork back fat and meat from pigs fed on diets with partial replacement of maize with rice bran. **Food Chemistry**, v. 103, p. 1159-1167, 2007.

CARINI, M.; FACINO, R.M.; ALDINI, G.; CALLONI, M.; COLOMBO, L. Characterization of phenolic antioxidants from Mate (*Ilex paraguayensis*) by liquid chromatography mass spectrometry and liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Rapid Communications in Mass Spectrometry**, v. 12, p. 1813-1819, 1998.

DE MEJÍA, E.G.; SONG, Y.S.; HECK, C.I.; RAMÍREZ-MARES, M.V. Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): Phenolics, antioxidant capacity and in vitro inhibition of colon cancer cell proliferation. **Journal of Functional Foods**, v. 2, n. 1, p. 23-34, 2010.

CHUN, O.K.; KIM, D.O.; SMITH, N.; LEE, C.Y. Daily consumption of phenolics and total antioxidant capacity from fruit and vegetables in the American diet. **Journal of the Science Food and Agricultural**, v. 85, p. 1715-1724, 2005.

DUTRA, F.L.G.; HOFFMANN-RIBANI, R.; RIBANI, M. Determinação de compostos fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência isocrática durante estacionamento da erva-mate. **Química Nova**, v. 33, p.119-123, 2010.

EATON, J.W. Catalases and peroxidases and glutathione and hydrogen peroxide: mysteries of the bestiary. **Journal of Laboratory and Clinical Medicine**, v. 7, p. 3-4, 1991.

FILIP, R.; LOPEZ, P.; GIBERTI, G.; COUSSIO, J.; FERRARO, G. Phenolic compounds in seven South American *Ilex* species. **Fitoterapia**, v. 72, p. 774-778, 2001.

FILIP, R.; LOLITO, S.B.; FERRARO, G.; FRAGA, C.G. Antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* and related species. **Nutrition Research**, v. 20, n. 1, p. 1437-1446, 2000.

GUGLIUCCI, A. Antioxidant Effects of *Ilex paraguariensis*: Induction of decreased oxidability of human LDL *in vivo*. **Biochemical and Biophysical Research Communications**. v. 224, n. 2, p. 338-344, 1996.

HALLIWELL, B. Drug antioxidant effects. **Drugs**, v. 42, p. 569-605, 1991.

HALLIWELL, B. Antioxidants in human health and disease. **Annual Review of Nutrition**, v. 116, p. 33-50, 1996.

HOFFMANN-RIBANI, R. **Compostos fenólicos em erva-mate e frutas**. 2006. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP. 137p.

LEE, K.W.; KIM, Y.J.; LEE, H.J.; LEE, C.Y. Cocoa has more phenolic phytochemicals and a higher antioxidant capacity than teas and red wine. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, p. 7292–7295, 2003.

LIST, P.H.; SCHMIDT, P.C. **Phytopharmaceutical Technology**. Boca Raton: CRC, 1989.

MACCARI JUNIOR, A. **Análise do pré-processamento da erva-mate para chimarrão**. Campinas, 2005. Tese de Doutorado em Engenharia Agrícola. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 215p.

MANACH, C.; SCALBERT, A.; MORAND, C.; RÉMÉSY, C.; JIMÉNEZ, L. Polyphenols: food sources and bioavailability. **American Journal of Clinical Nutrition**, v.79, p.727-747, 2004.

MASTERS, K. **Spray drying handbook** 5.ed., New York: Longman Scientific & Technical, 1991, 725p.

MORAIS, S.M.; CAVALCANTI, E.S.B.; COSTA, S.M.O.; AGUIAR, L.A. Ação antioxidante de chás e condimentos de grande consumo no Brasil. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 19, p. 315-320, 2009.

MSTATC. Michigan States University. **MSTATC versão 2.10**. East Lansing, MI, 1989. 2 disquetes 3 ½ pol., MSDOS.

NEWALL, C.A.; ANDERSON, L.A.; PHILLIPSON, J.D. **Herbal Medicines**. London: The Pharmaceutical Press, p. 189-190, 1996.

RACANICCI, A.M.C.; DANIELSEN, B.; SKIBSTED, L.H. Mate (*Ilex paraguariensis*) as a source of water extractable antioxidant for use in chicken meat. **European Food Research Technology**, v. 227, p. 255-260, 2008.

RICE-EVANS, C.; MILLER, N.; PAGANGA, G. Antioxidant properties of phenolic compounds. **Trends in Plant Science**, v. 2, n. 4, p. 152-159, 1997.

ROSS, J.A.; KASUM, C.M. Dietary flavonoids: bioavailability, metabolic effects, and safety. **Annual Review of Nutrition**, v. 22, p. 19-34, 2002.

ROTTA, E.; OLIVEIRA, Y.M.M.; **Cultivo da erva-mate**. Colombo: Embrapa florestas. (Sistemas de produção n.1), 2005.

ROVER JUNIOR, L.; HOEHR, N.F.; VELASCO, A.P.; KUBOTA, L.T. Sistema antioxidante envolvendo o ciclo metabólico da glutatona associados a métodos eletroanalíticos na avaliação do estresse oxidativo. **Química Nova**, v. 24, p. 112-119, 2001.

SCALBERT, A.; JOHNSON, I.T.; SALTMARSH, M. Polyphenols: antioxidants and beyond. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 81, p. 215-217, 2005.

SCHINELLA, G.R.; TROIANI, G.; DÁVILA, V.; BUSCHIAZZO, P.M.; TOURNIER, H.A. Antioxidant effects of an aqueous extract of *Ilex paraguariensis*. **Biochemistry and Biophysical Research Communications**, v. 269, p. 257-360, 2000.

SHAHIDI, F.; JANITHA, P.K.; WANASUNDARA, P.D. Phenolic antioxidants. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 32, p. 67-103, 1992.

SIMÕES, C.A.M.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. **Farmacognosia da Planta ao Medicamento**. 3. ed., Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, 2001. 833p.

SINGLETON, V.L.; ROSSI, J.A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal Enology Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

SPADA, P.D.S.; SOUZA, G.G.N.; BORTOLINI, G.V.; HENRIQUES, J.A.P.; SALVADOR, M. Antioxidant, Mutagenic, and Antimutagenic Activity of Frozen Fruits. **Journal Medicinal Food**, v. 11, p. 144-151, 2008.

STORZ, P. Reactive oxygen species-mediated mitochondria-to-nucleus signaling: A key to aging and radical-caused diseases. **Science STKE**, v. 332, p. 1-8, 2006.

YAMAGUCHI, T.; TAKAMURA, M.; MATOBA, T.C.; TERÃO, J. HPLC method for evaluation of the free radical – scavenging of foods by using 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl. **Bioscience Biotechnology Biochemistry**, v. 62, p. 1201-1204, 1998.

WANG, S.Y.; FENG, R.T.; LU, Y.J.; BOWMAN, L.; DING, M. Inhibitory effect on activator protein-1, nuclear factor-kappaB and cell transformation by extracts of strawberries (*Fragaria x ananassa* Duch). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, p. 4187-4193, 2005.

## **CAPÍTULO 4**

### **ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO EXTRATO DE ERVA-MATE**

KLEBER BERTÉ, MARCIA BEUX, CRISTINA GUOLO,  
ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI

Artigo a ser submetido à revista

JOURNAL OF THE SCIENCE OF FOOD AND AGRICULTURE

ISSN 1097-0010

JCR 1.36

## ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO EXTRATO DE ERVA-MATE

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, MARCIA R. BEUX<sup>2</sup>, CRISTINA GUOLO<sup>3</sup>, ROSEMARY  
HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
2. Departamento de Patologia Básica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
3. Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos – CEPPA, Curitiba, Brasil.

### RESUMO

As folhas da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil., Aquifoliaceae) são utilizadas como estimulante, antioxidante e antimicrobiano, e os principais constituintes químicos são os compostos fenólicos. Este trabalho teve como objetivo desenvolver o extrato seco de erva-mate verde e determinar a atividade antimicrobiana e antioxidante. As diferentes concentrações do extrato testado inibiram o crescimento do *Staphylococcus aureus* (gram positiva) e não apresentou atividade frente à *Candida albicans*, *Escherichia coli* e *Salmonella choleraesuis*. A concentração inibitória mínima (CIM) para o extrato seco foi de 15 mg/mL. O extrato apresentou 178,32 mg/g de compostos fenólicos totais. O estudo revelou que o extrato seco de erva-mate obtido por *spray-dryer* apresenta compostos químicos com propriedades antimicrobianas.

**Palavras-chave:** antimicrobiana, compostos fenólicos, extrato botânico.



## ANTIMICROBIAL ACTIVITY OF YERBA-MATE EXTRACT

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, MARCIA R. BEUX<sup>2</sup>, CRISTINA GUOLO<sup>3</sup>, ROSEMARY  
HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
2. Departamento de Patologia Básica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
3. Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos – CEPPA, Curitiba, Brasil.

### ABSTRACT

Yerba-mate (*Ilex paraguariensis* A.St.-Hill, Aquifoliaceae) is a beverage widely used in Brazil, Argentina, Paraguay, and Uruguay. In the South America, yerba-mate beverages have been commonly consumed as infusions known as chimarrão (hot infusion), mate tea-like (yerba-mate roasted leaves), and tereré (prepared with cold water). The substances contained in yerba-mate present functional and pharmaceutical properties, such as: antimicrobial, antioxidant, stimulant, and anti-inflammatory. In this study, the objective was to develop a yerba-mate dry extract by using spray drying technology and to evaluate the extract aqueous solutions antimicrobial activity on different microorganism's strains. The several extract concentrations prepared were able to inhibit the growth of *Staphylococcus aureus*, while no effect was observed on *Candida albicans*, *Escherichia coli* and *Salmonella choleraesuis*. The minimum inhibitory concentration (MIC) for the extract was 15 mg/mL. The yerba-mate botanical extract presented 178.32 mg/g of total polyphenols. These results indicate that the yerba-mate dry extract powder obtained by spray-drying contains chemical compounds that present antimicrobial activity.

**Keywords:** antimicrobial, polyphenols, botanical extract.

## 1 INTRODUÇÃO

O uso de plantas e extratos vegetais com fins medicinais é uma das mais antigas formas de prática medicinal da humanidade. Devido à sua atividade metabólica, os vegetais superiores são capazes de produzir substâncias antioxidantes e antimicrobianas utilizadas como mecanismo de defesa contra micro-organismos, insetos e herbívoros (GOTLIEB, 1981; SIMÕES et al., 2001). A necessidade de descobrir novos agentes antimicrobianos ocorre devido ao alarmante aumento de micro-organismos resistentes aos antibióticos normalmente utilizados (OZCAN et al., 2002). As substâncias químicas presentes em plantas apresentam diferenças estruturais em relação aos antibióticos derivados de micro-organismos e agem como reguladores do metabolismo intermediário, ativando ou bloqueando reações enzimáticas, afetando diretamente a síntese de enzimas ou alterando estruturas de membranas dos micro-organismos (SINGH; SHUKLA, 1984).

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) é uma árvore da família Aquifoliaceae. O gênero *Ilex* apresenta em torno de 450 espécies de plantas distribuídas em regiões tropicais (Ásia e América do Sul) e em zonas temperadas (ALIKARIDIS, 1987; SPICHIGER et al., 2004). Essa árvore ocupa uma região do território Sul-Americano de aproximadamente 540.000 km<sup>2</sup> situada entre o Brasil, a Argentina e o Paraguai (ROTTA; OLIVEIRA, 2005). O consumo do mate, principalmente sob a forma de chimarrão, tornou-se um hábito alimentar e cultural, com importante papel social para caracterização da região sul do Brasil e países da América do Sul. As folhas dessa espécie vegetal apresentam propriedades similares ao chá verde (*Camelia sinensis*) e ao café (*Coffea arabica*) (SIMÕES et al., 2001).

Os estudos fitoquímicos com as folhas da erva-mate indicam a presença de diferentes grupos químicos, como saponinas, alcalóides, compostos fenólicos e óleo essencial (ALONSO, 1998; SIMÕES et al., 2001). Os compostos fenólicos que têm despertado o interesse em pesquisas com erva-mate são os derivados do ácido clorogênico (ácido 5-cafeoilquínico), o ácido cafeico e a rutina (FILIP et al., 2001; BASTOS et al., 2006; HOFFMANN-RIBANI, 2006). As substâncias químicas presentes na erva-mate apresentam propriedades funcionais e farmacêuticas, tais como: antimicrobiana, antioxidante e estimulante, ampliando as possibilidades de

aproveitamento da erva-mate, com aplicações na indústria cosmética, farmacêutica e alimentícia (NEWALL et al., 1996; ALONSO, 1998; BLUMENTHAL, 1998).

De acordo com Scalbert (1991), o mecanismo de ação antimicrobiana dos compostos fenólicos pode ser explicado por três hipóteses. A primeira pressupõe a inibição das enzimas bacterianas e/ou a complexação com os substratos dessas enzimas; a segunda inclui a ação sobre as membranas celulares dos micro-organismos, modificando seu metabolismo; e a terceira seria a complexação dos polifenóis com íons metálicos, diminuindo a disponibilidade de íons essenciais para o metabolismo microbiano. A necessidade atual de descobrir novos agentes antimicrobianos ocorre devido ao alarmante aumento de micro-organismos resistentes aos antimicrobianos e/ou conservantes normalmente utilizados (OZCAN et al., 2002).

O presente trabalho teve por objetivo determinar a atividade antimicrobiana das soluções aquosas do extrato seco de erva-mate sobre diferentes cepas de micro-organismos.

## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 PREPARO DA ERVA-MATE SOLÚVEL**

#### **2.1.1 Matéria-prima vegetal**

As folhas *in natura* da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St-Hil.) foram obtidas de plantas com 15 anos de idade, de sistema adensado (nativa e cultivada), provenientes do município de São Mateus do Sul-PR, cedidas pela empresa Baldo S/A. As folhas frescas foram submetidas ao processamento agroindustrial, padronizado pela indústria para obter a erva-mate beneficiada tipo chimarrão. Uma exsicata da planta foi identificada pela professora Dr<sup>a</sup>. Elide Pereira dos Santos do Departamento de Botânica da Universidade Federal do Paraná. Voucher Lenchinski, L.F., n. 1; coletado em 16/11/2010, depositado no herbário (UPCB).

### 2.1.2 Processo de extração e secagem

Para obtenção do extrato líquido, foi utilizada uma proporção de erva-mate tipo chimarrão e água de 1:3 (p/v), mantido em decocção durante 30 minutos à temperatura de 85 °C (BURGARDT, 2000). O extrato líquido obtido foi submetido à secagem em *spray-dryer* para obter o extrato em pó de erva-mate. O *spray-dryer* utilizado foi o modelo K 22/27 do fabricante Kohls com o bico do atomizador de 3 mm. As condições operacionais de secagem foram temperatura do ar de entrada 185 °C e de saída 83 °C, pressão do ar de 4,5 bar, vazão média do ar de secagem de 5,5 m³/h e vazão mássica de alimentação de 200 g/minuto.

## 2.2 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

A atividade antimicrobiana foi avaliada pela leitura do diâmetro dos halos de inibição do crescimento microbiano das cepas em teste. Foi utilizado o método da placa de ágar BHI com orifício, do Instituto Nacional de Controle de Qualidade e Saúde (INCQS, 2001). Inoculou-se 1,0 mL de cada suspensão microbiana (contendo 10<sup>6</sup> UFC/mL) no centro da base de uma placa de Petri estéril, na qual foi adicionado 20 mL de ágar BHI fundido e resfriado a 45 °C. Após homogeneização e solidificação, com auxílio de um tubo de aço inox estéril (com 0,5 cm de diâmetro) perfurou-se o ágar obtendo-se um orifício, no qual depois de retirado o ágar com uma agulha estéril, foi depositado 0,1 mL de cada solução de erva-mate testada. Essas soluções foram obtidas com a diluição do extrato seco da erva-mate em água estéril, em concentrações de 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 e 45 mg/mL. As placas foram inoculadas em triplicata e incubadas a 36 °C por 48 horas. A concentração inibitória mínima (CIM) foi definida como a menor concentração de extrato capaz de inibir o crescimento visível dos micro-organismos. O halo de inibição formado foi medido com auxílio de um paquímetro. Os micro-organismos selecionados para testar a atividade antimicrobiana foram: *Salmonella choleraesuis* Var. *Typhimurium* (ATCC 14028), *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Candida albicans* (ATCC 10231) e *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), obtidas do Instituto Adolfo Lutz.

## 2.3 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS

### 2.3.1 Determinação de compostos fenólicos totais

O conteúdo de polifenóis totais foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu (SINGLETON; ROSSI, 1965). Os resultados obtidos foram calculados utilizando a curva de calibração padrão que relaciona a concentração do padrão em função da absorbância, expressos em mg de catequina/g de amostra.

### 2.3.2 Determinação de compostos fenólicos por CLAE

O teor dos compostos fenólicos (ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA), ácido cafeico e rutina) no extrato de erva-mate foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu, equipado com injetor manual Rheodyne de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A), operando em 325 e 370 nm, controlado pelo Software Class-VP. A análise foi conduzida em coluna Bondclone® C-18 (3,9 X 300 mm, 10  $\mu\text{m}$ ) da Phenomenex, utilizando metanol:água (35:65, v/v com 0,5% ácido acético) como fase móvel, num fluxo de 1  $\text{mL min}^{-1}$ . A quantificação na amostra foi realizada por padronização externa. Todas as determinações foram conduzidas em triplicata e os padrões de ácidos fenólicos (ácido cafeico, 5-CQA e rutina) adquiridos da marca Sigma (DUTRA et al., 2010).

## 2.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados das determinações analíticas foram analisados pelo Programa Estatístico MSTATC (versão 2.10 sistema DOS) da *Michigan State University* (MSTATC, 1989), cedido pelo Laboratório de Informática do Setor de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Paraná.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 COMPOSTOS FENÓLICOS

O conteúdo de rutina, ácido cafeico e 5-CQA determinados no extrato de erva-mate foram superiores aos valores descritos na literatura para folhas dessa espécie vegetal (Tabela 4.1) (FILIP et al., 2001). O teor de compostos químicos pode ser considerado um indicador de rendimento e empregado para avaliar a eficiência do processo de extração. A variação no conteúdo de compostos fenólicos está associada a fatores como pH, tempo e temperatura de extração, grau de divisão da erva-mate (granulometria) e proporções de solvente (água) e erva-mate utilizadas na extração (BURGARDT, 2000; VALDUGA et al., 2003).

TABELA 4.1 - COMPOSTOS FENÓLICOS PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE.

COMPONENTES	EXTRATO SECO EM PÓ
Compostos fenólicos totais (mg/g)	178,32 ± 7,35
Rutina (mg/g)	5,38 ± 0,09
Ácido cafeico (mg/g)	1,54 ± 0,11
Ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA) (mg/g)	91,40 ± 1,75

Valores das médias ± DP (n = 3).

FONTE: O autor (2011).

O mercado consumidor busca preferencialmente por alimentos de alta qualidade, o mais natural possível (GOULD, 1995). A industrialização de alimentos tem passado por mudanças com o objetivo de reduzir o uso de conservantes químicos e substituir por alternativas naturais que possibilitem aumentar o tempo de vida de prateleira dos produtos alimentícios. Entre essas alternativas são encontrados especiarias e outras plantas com compostos químicos com atividade antimicrobiana (TASSOU et al., 1995).

Estudos assim são desenvolvidos no Japão buscando alternativas de ingredientes antimicrobianos utilizados na composição de embalagens ativas para alimentos. Os asiáticos desenvolveram um filme de polietileno com um componente químico denominado alil-isotiocianato (AIT), extraído da raiz forte, encapsulado em ciclodextrinas, o qual inibe a proliferação de bactérias e fungos na superfície de alimentos. O composto torna-se ativo por meio da umidade do produto. O efeito

antimicrobiano é significativamente aumentado quando o AIT encontra-se na forma gasosa. A maior limitação desse agente antimicrobiano é o odor intenso, normalmente indesejável (BRODY; STRUPINSK; KLINE, 2001).

### 3.2 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

Os resultados da atividade antimicrobiana demonstraram que as diferentes concentrações testadas para a solução do extrato de erva-mate inibiram significativamente o crescimento da cepa gram positiva de *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), apresentando um halo de inibição diretamente proporcional à concentração do extrato. Segundo os resultados, a concentração mínima inibitória (CIM) foi de 15 mg/mL (2,67 mg de compostos fenólicos) de extrato de erva-mate em solução aquosa (Tabela 4.2). De maneira geral, qualquer ação que interfira na composição da membrana plasmática da célula microbiana estará tornando-a desprovida de alguma organela essencial ao equilíbrio celular, condição fundamental para funcionamento fisiológico dos micro-organismos. Outra ação dos compostos químicos presentes nos vegetais frente ao crescimento microbiano ocorre por meio da desestruturação da parede celular. Essa alteração da parede da célula bacteriana é a principal ação inibitória de muitos antibióticos (COOTE et al., 1999).

TABELA 4.2 - ATIVIDADE ANTIMICROBIANA PARA O EXTRATO DE ERVA-MATE.

CONCENTRAÇÃO DO EXTRATO (mg/g)	HALO DE INIBIÇÃO (mm)*			
	CEPAS			
	<i>Candida albicans</i>	<i>Escherichia coli</i>	<i>Salmonella choleraesuis</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
10	R	R	R	R
15	R	R	R	10,16 ± 0,29 <sup>a</sup>
20	R	R	R	13,20 ± 0,35 <sup>b</sup>
25	R	R	R	15,03 ± 0,15 <sup>c</sup>
30	R	R	R	17,23 ± 0,25 <sup>d</sup>
35	R	R	R	19,13 ± 0,12 <sup>e</sup>
40	R	R	R	22,40 ± 0,20 <sup>f</sup>
45	R	R	R	25,07 ± 0,12 <sup>g</sup>

\* Diâmetro; R = resistente (sem crescimento microbiano). Os valores da média ± SD (n=3).

Letras diferentes indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey (5%)

FONTE: O autor (2011).

Segundo Srinivasan et al. (2001), algumas plantas utilizadas na medicina indiana que foram submetidas a uma avaliação da atividade antimicrobiana também evidenciaram maior atividade contra bactérias Gram positivas, conforme encontrado nesse experimento com extrato de erva-mate. As diferenças de atividade contra as bactérias Gram positivas e negativas parecem estar relacionadas à constituição da parede celular bacteriana e dos constituintes do extrato vegetal, principalmente do grupo dos taninos e compostos fenólicos (SCALBERT, 1991). Os resultados obtidos neste trabalho corroboram com as hipóteses de Khan et al. (2001) e Cimanga et al. (2002), onde descrevem uma relação entre o teor de compostos fenólicos e a atividade contra bactérias Gram positivas, as quais apresentam estrutura celular mais rígida, parede celular quimicamente menos complexa e com um menor teor de lipídeos do que as bactérias Gram negativas.

A solução aquosa do extrato seco de erva-mate nas concentrações testadas não apresentou atividade antimicrobiana sobre a cepa de levedura (*Candida albicans*) e sobre as cepas de bactérias gram negativas (*Escherichia coli* e *Salmonella choleraesuis*). Esses resultados divergem parcialmente aos verificados por Biasi et al. (2009) que encontraram atividade contra *Candida albicans*, porém utilizaram no trabalho tinturas hidro-alcoólicas das diferentes partes da erva-mate, folhas e ramos, que têm composição química diferente, interferindo na atividade antimicrobiana.

Os resultados para *Escherichia coli* obtidos neste experimento corroboram com o trabalho de Biasi et al. (2009). Segundo Pessini et al. (2003), a ausência de atividade antimicrobiana pode ocorrer devido à presença de uma membrana microbiana mais externa que impede a entrada de determinados compostos químicos, evidenciando a existência de características específicas para as membranas nesses micro-organismos que os tornam resistentes ao extrato de mate.

Asolini et al. (2006) avaliaram a atividade antibacteriana dos extratos das folhas de erva-mate e constataram que o extrato aquoso não inibiu o crescimento bacteriano, ao contrario do extrato etanólico que apresentou atividade antibacteriana, possivelmente pela melhor extração de compostos antibacterianos da erva-mate, uma vez que o etanol foi testado como controle negativo e não apresentou ação inibitória frente aos micro-organismos testados.



Os resultados para o controle positivo com antibióticos comerciais são apresentados na Tabela 4.3.

TABELA 4.3. CONTROLE POSITIVO COM ANTIBIÓTICOS.

MICRO-ORGANISMOS	CONTROLE POSITIVO		
	Antimicrobiano	Concentração	Halo inibição (mm)
<i>Salmonella choleraesuis</i>	Tetraciclina	30 µg	17
<i>Escherichia coli</i>	Tetraciclina	30 µg	11
<i>Candida albicans</i>	Fluconazol	10 µg	14
<i>Staphylococcus aureus</i>	Gentamicina	10 µg	36

Medida do halo de inibição do crescimento microbiano em milímetros (mm).

Os resultados preliminares da atividade antimicrobiana para o extrato seco de erva-mate podem servir de base no desenvolvimento de produtos naturais e eficientes para o controle da contaminação em indústrias e conservação de produtos, em substituição total ou parcial de conservantes artificiais.

## 4 CONCLUSÕES

O extrato de erva-mate apresentou eficiente atividade antimicrobiana frente à cepa de *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923). Este experimento demonstrou que o processamento tecnológico da erva-mate por spray-dryer permitiu obter um novo ingrediente, com potencial de aplicação industrial para controlar e/ou inibir a contaminação microbiológica.

## REFERÊNCIAS

- ALIKARIDIS, F. Natural constituents of *Ilex* species. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 20, p. 121-144, 1987.
- ALONSO, J.R. **Tratado de Fitomedicina**. Buenos Aires: ISIS, p. 992-995, 1998.
- ASOLINI, F.C.; TEDESCO, A.M.; CARPES, S.T.; FERRAZ, C.; ALENCAR, S.M. Atividade antioxidante e antibacteriana dos compostos fenólicos dos extratos de plantas usadas como chás. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 9, p. 209-215, 2006.
- BALABAN, N.; RASOOLY, A. Staphylococcal enterotoxins. **International Journal of Food Microbiology**, v. 61, n. 1, p. 1-10, 2000.
- BASTOS, D.H.M.; ISHIMOTOA, E.Y.; MARQUES, M.O.M.; FERRI, A.F.; TORRES, E.A.F.S. Essential oil and antioxidant activity of green mate and mate tea (*Ilex paraguariensis*) infusions. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 19, p. 538-543, 2006.
- BIASI, B.; GRAZZIOTIN, N.A.; HOFMANN JUNIOR, A.E. Atividade antimicrobiana dos extratos de folhas e ramos da *Ilex paraguariensis* A. St.-Hil., Aquifoliaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 19, p. 582-585, 2009.
- BLUMENTHAL, M. **The complete German Commission E Monographs**. Austin: American Botanical Council, p. 167-168, 1998.
- BRODY, A.L.; STRUPINSK, E.R.; KLINE, L.R. **Active Packaging for Food Applications**. Lancaster: Technomic, 2001. 218p.
- BRYAN LE. General mechanisms of resistance to antibiotics. **Journal of Antimicrobiology**, v. 22, p. 1-15, 1988.
- BURGARDT, A.C. **Desenvolvimento de uma bebida, utilizando extrato de erva-mate verde (*Ilex paraguariensis*)**. 2000. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR. 113p.
- CIMANGA, K.; KAMBU, K.; TONA, L.; APERS, S.; BRUYNE, T.; HERMANS, N.; TOTTE, J.; PIETERS, L.; VLIETINCK, A.J. Correlation between chemical composition and antibacterial activity of essential oils of some aromatic medicinal plants growing in the Democratic Republic of Congo. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 79, n. 2, p. 213-220, 2002.
- COOTE, P.; BRUL, S. Preservatives agents in food: mode of action and microbial resistance mechanisms. **International Journal of Food Microbiology**, v. 50, p. 1-17, 1999.
- COWAN, M.M. Plant products as antimicrobial agents. **Clinical Microbiology Reviews**, v. 12, n. 4, p. 564-582, 1999.

DUTRA, F.L.G.; HOFFMANN-RIBANI, R.; RIBANI, M. Determinação de compostos fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência isocrática durante estacionamento da erva-mate. **Química Nova**, v. 33, p. 119-123, 2010.

FILIP, R.; LOPEZ, P.; GIBERTI, G.; COUSSIO, J.; FERRARO, G. Phenolic compounds in seven South American *Ilex* species. **Fitoterapia**, v. 72, p. 774-778, 2001.

FRANCO, B.G.M.; LANDGRAF, M. Microbiologia de Alimentos. São Paulo: Atheneu, 1996.

GOTLIEB, O. New and underutilized plants in the Americas: solution to problems of inventory through systematics. **Interciência**, v. 6, n. 1, p. 22-29, 1981.

GOULD, G.W. Industry perspective on the use of natural antimicrobials and inhibitors for food applications. **Journal of Food Protection**, v. 58, n. 1, p. 82-86, 1995.

HOFFMANN-RIBANI, R. **Compostos fenólicos em erva-mate e frutas**. 2006. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP. 137p.

INCQS. Instituto Nacional de Controle de Qualidade e Saúde. **Manual da qualidade: método para avaliação das atividades bacteriostática e fungistática de saneantes e substâncias preservativas**. Rio de Janeiro, 2001. 9 p. (Método 65.3210.006).

KHAN, M.R. Antimicrobial activity of *Symplocos cochinchinensis*. **Fitoterapia**, v. 72, n. 7, p. 825-828, 2001.

MSTATC. Michigan States University. **MSTATC versão 2.10**. East Lansing, MI, 1989. 2 disquetes 3 ½ pol., MSDOS.

NEWALL, C.A.; ANDERSON, L.A.; PHILLIPSON, J.D. **Herbal Medicines**. London: The Pharmaceutical Press, p. 189-190, 1996.

OZCAN, M.; ERKMEN, O. Antimicrobial activity of essential oils of Turkish plant spices. **European Food Research Technology**, v. 212, p. 658-660, 2002.

PASSOS, M.H.C.R.; KUAYE, A.Y. Relato de surtos de intoxicação alimentar provocada por consumo de bolo contaminado por *Staphylococcus aureus*, importância da higiene dos manipuladores e condições de conservação do alimento na prevenção da doença. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 56, n. 1, p. 71-76, 1996.

PESSINI, G.L.; HOLETZ, F.B.; SANCHES, N.R.; CORTEZ, D.A.G.; DIAS FILHO, B.P.; NAKAMURA, C.V. Avaliação da atividade antibacteriana e antifúngica de extratos de plantas utilizadas na medicina popular. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 13, p. 21-24, 2003.

ROTTA, E.; OLIVEIRA, Y.M.M.; **Cultivo da erva-mate**. Colombo: Embrapa florestas, (Sistemas de produção n.1), 2005.

SCALBERT, A. Antimicrobial properties of tannins. **Phytochemistry**, v. 30, p. 3875-3883, 1991.

SIMÕES, C.A.M.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. **Farmacognosia da planta ao medicamento**. 3.ed., Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, 2001. 833p.

SINGLETON, V.L.; ROSSI, J.A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal Enology Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

SINGH, K.V.; SHUKLA, N.P. Activity on multiple resistant bacteria of garlic (*Allium sativum*) extract. **Fitoterapia**, v. 55, p. 313-315, 1984.

SRINIVASAN, D. Antimicrobial activity of certain Indian medicinal plants used in folkloric medicine. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 74, n. 2, p. 217-220, 2001.

TASSOU, C. C.; DROSINOS, E. H.; NYCHAS, G. J. E. Inhibition of resident microbial flora and pathogen inocula on cold fresh fish fillets in olive oil, oregano, and lemon juice under modified atmosphere on air. **Journal Food Protection**, v. 59, n. 1, p. 31-34, 1995.

VALDUGA, A.T.; FINZER, J.R.D.; MOSELE, S.H. **Processamento de Erva-mate**. Erechim: Edifapes, 2003. 183p.

## **CAPÍTULO 5**

### **DESENVOLVIMENTO DE GELATINA FUNCIONAL DE ERVA-MATE**

KLEBER ALVES SANTOS BERTÉ, DAYANE ROSALYN IZIDORO, FABIANA  
LEMONS GOULARTE DUTRA, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI

Artigo aceito para publicação na Revista CIÊNCIA RURAL

ISSN 0103-8478

Volume 41, n. 2, 2011.

JCR 0.343

## DESENVOLVIMENTO DE GELATINA FUNCIONAL DE ERVA-MATE

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, DAYANE R. IZIDORO, FABIANA L.G. DUTRA, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### RESUMO

O objetivo deste estudo foi desenvolver formulações para gelatina funcional com extrato de erva-mate verde e fibras solúveis como inulina (INU), frutooligossacarídeos (FOS) e a polidextrose (PD), avaliando o efeito desses ingredientes na gelatina funcional por meio da análise física da textura (firmeza, consistência e coesividade), análise sensorial (sabor e preferência de compra) e composição química. As formulações INU, PD e composição INU/PD/FOS apresentaram textura desejável para uma sobremesa de gelatina não diferindo ( $p>0,05$ ) do padrão com sacarose. Pela análise sensorial, a gelatina funcional com INU obteve o maior índice hedônico para sabor e preferência de compra acima de 70%, superior ao padrão. Considerando os resultados obtidos neste estudo, a aplicação tecnológica do extrato de erva-mate verde e das fibras solúveis apresenta evidente potencial para o desenvolvimento de alimentos saudáveis e funcionais.

**Palavras-chave:** alimentos funcionais, *Ilex paraguariensis*, inulina.

## DEVELOPMENT OF FUNCTIONAL YERBA-MATE JELLY

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, DAYANE R. IZIDORO, FABIANA L.G. DUTRA, ROSEMARY  
HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### ABSTRACT

The objective of this study was to develop formulations for functional jelly with extract of green yerba-mate and soluble fibers as inulin (INU), fructooligosaccharides (FOS) and the polidextrose (PD), evaluating the effect of those ingredients in the functional jelly through the physical analysis of texture (firmness, consistence, cohesiveness), sensorial analysis (flavor and purchase preference) and chemical composition. The formulations INU, PD and composition INU/PD/FOS presented desirable texture for a jelly dessert and not differing ( $P>0.05$ ) of the reference standard with sucrose. For the sensorial analysis the functional jelly with INU obtained the largest index hedonic for flavor and purchase preference above 70%, better to the reference standard. Considering the results obtained in this study, the technological application of the extract of green yerba-mate and of the soluble fibers, it presents evident potential for the development of healthy and functional foods.

**Key words:** functional foods, *Ilex paraguariensis*, inulin.

## 1 INTRODUÇÃO

Os alimentos funcionais são aqueles alimentos ou ingredientes que, além das funções nutricionais básicas, apresentam efeitos benéficos para a saúde, quando consumidos como parte da dieta habitual. Os alimentos funcionais são capazes de reduzir o risco de algumas doenças e auxiliar em funções fisiológicas do organismo (STARK; MADAR, 1994). Os principais alimentos funcionais são: fibras (psyllium, polidextrose e goma guar), ácidos graxos poli-insaturados (ômega 3, 6), substâncias bioativas de plantas (polifenóis, cafeína e carotenoides), fibras prebióticas (inulina e frutooligossacarídeos) e os micro-organismos probióticos (WAITZBERG, 2000).

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) é uma árvore nativa da América do Sul e é considerada um produto de origem florestal não madeirável. Suas folhas apresentam diferentes compostos bioativos que contribuem para ampliar o seu uso e aplicação industrial em diversos produtos, além do tradicional chimarrão. As substâncias bioativas que têm despertado o interesse em pesquisas com a erva-mate são os compostos fenólicos e a cafeína (PARANÁ, 2000). Os principais compostos fenólicos encontrados na erva-mate são o ácido cafeico, a rutina e os derivados dos ácidos clorogênicos com propriedades antioxidantes (FILIP et al., 2000). Esses polifenóis apresentam efeitos sobre a absorção intestinal da glicose, resultando em um menor índice glicêmico (CLIFFORD, 2004).

As fibras solúveis são carboidratos complexos como a inulina (INU), os frutooligossacarídeos (FOS) e a polidextrose (PD). A inulina e os fruto-oligossacarídeos são polissacarídeos de reserva extraídos da raiz da chicória (*Cichorium intybus*) e apresentam propriedades tecnológicas distintas. Essas fibras prebióticas são seguras para diabéticos, estimulam o crescimento seletivo de bactérias intestinais promotoras de saúde, especialmente as bifidobactérias que contribuem para melhor absorção de nutrientes (CARABIN; FLAMM, 1999). A polidextrose é um polímero da condensação da dextrose altamente ramificado e apresenta os benefícios fisiológicos das fibras, como aumento da velocidade do trânsito intestinal e a atenuação da absorção da glicose (FLOOD; AUERBACH; CRAIG, 2004).

A sobremesa de gelatina é um produto de sabor agradável elaborado pela mistura de água, gelatina, sacarose e aditivos, podendo apresentar alegação funcional e/ou de saúde, pela adição de fibras ou ingredientes bioativos (fonte de



polifenóis) (BRASIL, 2002) ou, ainda, pode ser elaborada para diabéticos, com a substituição dos açúcares por fibras e/ou edulcorantes (BRASIL, 1998a).

A crescente preocupação por uma alimentação saudável que, além de nutrir, promova a saúde, coloca alguns alimentos e ingredientes funcionais na lista de preferência de um número cada vez maior de consumidores. O desenvolvimento de novos alimentos funcionais e para fins especiais contribui para a inserção das indústrias nesse mercado. Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver formulações para o preparo de gelatina funcional com extrato de erva-mate verde e fibras solúveis, analisar a textura, a composição química e realizar a análise sensorial para verificar o sabor e a preferência de compra das formulações elaboradas em comparação à gelatina padrão.

## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 PREPARO DO EXTRATO DE ERVA-MATE**

#### **2.1.1 Matéria-prima vegetal**

A erva-mate *in natura* (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) proveniente do município de São Mateus do Sul-PR foi cedida pela empresa Baldo S/A. A erva-mate foi submetida ao processamento agroindustrial padrão de secagem e moagem, para obter a erva-mate beneficiada tipo chimarrão.

#### **2.1.2 Processo de extração e secagem**

Para obtenção do extrato líquido, foi utilizada uma proporção de erva-mate tipo chimarrão e água de 1:3 (p/v), e mantida em decocção durante 30 minutos à temperatura de 85 °C (BURGARDT, 2000). O extrato líquido foi submetido à secagem em *spray-dryer* para obter o extrato de erva-mate em pó. O *spray-dryer* utilizado foi o modelo K 22/27 do fabricante Kohls com o bico do atomizador de 3 mm. As condições operacionais de secagem foram temperatura do ar de entrada

185 °C e de saída 83 °C, pressão do ar de 4,5 bar, vazão média do ar de secagem 5,5 m<sup>3</sup>/h e vazão mássica de alimentação de 200 g/minuto.

## 2.2 FORMULAÇÕES

### 2.2.1 Ingredientes

Os ingredientes para elaboração das formulações foram adquiridos de fornecedores especializados. Os ingredientes utilizados foram sacarose, gelatina bovina Bloom 180 (Gelita do Brasil, Cotia-SP), aroma maçã verde e corante clorofila (Duas Rodas Ind., Jaraguá do Sul-SC), citrato de sódio, ácido cítrico, cloreto de sódio, carbonato de cálcio, ciclamato de sódio, sacarina sódica (Sweetmix Ltda, Sorocaba-SP), polidextrose (Tovani, São Paulo-SP), inulina e fruto-oligossacarídeos (Clariant S/A, São Paulo-SP).

### 2.2.2 Composição das formulações

Foram desenvolvidas sete formulações de gelatina funcional contendo diferentes tipos e proporções de fibra alimentar (INU, FOS e PD), conforme Tabela 5.1, com o intuito de avaliar o efeito nas propriedades sensoriais das sobremesas de gelatina. A fórmula padrão contendo sacarose foi desenvolvida com a finalidade de se obter um produto de referência, que apresentasse as propriedades coloidais características da sobremesa de gelatina. Os aditivos foram utilizados de acordo com a necessidade tecnológica conforme normas do Ministério da Saúde (BRASIL, 1999).

TABELA 5.1 - FORMULAÇÕES PADRÃO E FUNCIONAIS PARA SOBREMESA DE GELATINA.

INGREDIENTES (g)	FORMULAÇÕES							
	Padrão	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7
Sacarose	75	---	---	---	---	---	---	---
Gelatina bovina Bloom 180	15	15	15	15	15	15	15	15
Fruto-oligossacarídeos (FOS)	---	15	---	---	7,50	7,50	---	5
Inulina (INU)	---	---	15	---	7,50	---	7,50	5
Polidextrose (PD)	---	---	---	15	---	7,50	7,50	5
Extrato de erva-mate verde	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50
Aroma natural de maçã verde	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97
Citrato de sódio (A)	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94
Ácido cítrico (B)	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32
Cloreto de sódio	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Carbonato de cálcio (C)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Corante clorofila	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Ciclamato de sódio (D)	---	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Sacarina sódica (D)	---	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
Massa total *	97	37,27	37,27	37,27	37,27	37,27	37,27	37,27

A = regulador de acidez; B = acidulante; C = antiemético; D = edulcorante

\* Massa total para ser adicionado em 500 mL de água.

FONTE: O autor (2011).

### 2.2.3 Modo de preparo

As diferentes formulações de gelatina foram preparadas com a dissolução do pó de cada composição em 250 mL de água quente (100 °C), seguido da adição de 250 mL de água fria (25 °C). Após completa mistura, triplicatas de 150 mL de cada formulação foram acondicionadas em copo de Becker e submetidas à refrigeração até a geleificação.

## 2.3 DETERMINAÇÃO DA TEXTURA INSTRUMENTAL

Para determinar a textura instrumental, quatro parâmetros foram analisados: firmeza, consistência, coesividade e índice de viscosidade. Foi utilizado o analisador de textura (texturômetro) TA-XT2 (Stable Micro Systems, Inglaterra), com célula de carga de 50 kg, sensor ou *probe* cilíndrico. A velocidade de penetração do *probe* foi de 0,83 mm s<sup>-1</sup>, a distância de penetração foi de 11mm e a velocidade de retorno do sensor foi de 10 mm s<sup>-1</sup>. O *probe* utilizado foi o modelo esférico (P/5S) 20 mm de diâmetro. Os corpos de prova apresentavam 6,0 cm de diâmetro por 8,0 cm de altura e as leituras foram realizadas em triplicata a temperatura ambiente.

## 2.4 ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial foi realizada com as formulações de gelatina funcional (com fibras) que não diferem significativamente ( $p > 0,05$ ) da fórmula padrão quanto à textura instrumental. Uma equipe de 36 julgadores de ambos os sexos, não treinados na faixa etária de 23 a 52 anos, foram instruídos para a participação. As sobremesas foram codificadas com números ao acaso e oferecidas de forma aleatória aos julgadores (FERREIRA et al., 2000). Para avaliar os atributos de sabor e preferência de compra, foi aplicado o teste de comparação múltipla ou diferença do controle com uma escala hedônica de nove pontos (ABNT, 1995).

## 2.5 DETERMINAÇÕES QUÍMICAS

### 2.5.1 Determinação de compostos fenólicos

O teor dos compostos fenólicos (ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA), ácido cafeico e rutina) foi determinado em cromatografia a líquido de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu, equipado com injetor manual Rheodyne de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A) operando em 325 e 370 nm, controlado pelo Software Class-VP. A análise foi conduzida em coluna Bondclone® C-18 (3,9 X 300 mm, 10  $\mu\text{m}$ ) da Phenomenex, utilizando metanol:água (35:65, v/v com 0,5% ácido acético) como fase móvel, num fluxo de 1  $\text{mL min}^{-1}$ . A quantificação foi realizada por padronização externa. As determinações foram realizadas em triplicata e os padrões (ácido cafeico, 5-CQA e rutina) adquiridos da marca Sigma (DUTRA et al., 2010).

### 2.5.2 Determinação de cafeína

O conteúdo de cafeína foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) empregado um cromatógrafo líquido da Shimadzu, controlado pelo Software Class-VP, equipado com injetor manual Rheodyne, com volume de injeção de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A) operando em

272 nm. A análise foi conduzida utilizando-se uma coluna Sinergi<sup>®</sup> Hidro-RP 80A (3,9 X 150 mm, 4  $\mu$ m) da Phenomenex. Utilizou-se como fase móvel metanol-água (25:75, v/v), e um fluxo de 1,0 mL min<sup>-1</sup>. A quantificação na amostra foi realizada por padronização externa, todas as determinações na amostra foram conduzidas em triplicata e o padrão de cafeína foi adquirido da marca Sigma (DUTRA (2008)).

### 2.5.3 Determinação da composição centesimal

As análises de proteína, gordura total e fibra alimentar foram determinadas nas formulações funcionais selecionadas e na fórmula padrão de acordo com as metodologias oficiais da AOAC International (2000) e as análises de umidade e cinzas foram realizadas conforme métodos do IAL (2005).

## 2.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística dos resultados foi processada por análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey, adotando um valor de  $\alpha$  de 0,05 (5%) (MSTATC, 1989; BARROS NETO et al., 2002).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 TEXTURA INSTRUMENTAL

Para os resultados obtidos neste estudo, pode ser descrita uma relação diretamente proporcional para as formulações testadas, pois quanto maior a firmeza da amostra maior a força de gel e, conseqüentemente, maior a coesividade (Tabela 5.2). A formulação (F6) com a mistura INU/PD apresentou valores para firmeza e coesividade que foram significativamente diferentes ( $p < 0,05$ ) e superiores ao padrão, 16% e 94%, respectivamente. Os parâmetros de textura para essa formulação não foram considerados como habituais e desejados para uma sobremesa de gelatina.

TABELA 5.2 - PROPRIEDADES COLOIDAIS PARA SOBREMESA DE GELATINA.

FÓRMULAS	PROPRIEDADES COLOIDAIS			
	Firmeza (g)	Consistência (g.s)	Coesividade (g.s)	Viscosidade (g.s)
Padrão	501,56 ± 62,29 <sup>bc</sup>	8377,62 ± 663,45 <sup>ab</sup>	35,83 ± 5,86 <sup>bc</sup>	362,43 ± 110,31 <sup>ab</sup>
Fórmula F1	162,04 ± 20,29 <sup>d</sup>	2857,53 ± 157,86 <sup>c</sup>	21,12 ± 1,13 <sup>d</sup>	267,44 ± 27,34 <sup>b</sup>
Fórmula F2	576,37 ± 41,36 <sup>b</sup>	9076,58 ± 1278,19 <sup>ab</sup>	44,87 ± 3,97 <sup>b</sup>	453,44 ± 122,12 <sup>ab</sup>
Fórmula F3	586,39 ± 37,36 <sup>ab</sup>	8631,78 ± 656,13 <sup>ab</sup>	39,02 ± 0,89 <sup>bc</sup>	321,46 ± 92,93 <sup>b</sup>
Fórmula F4	149,14 ± 10,74 <sup>d</sup>	2823,02 ± 316,17 <sup>c</sup>	21,63 ± 3,06 <sup>d</sup>	304,56 ± 39,71 <sup>b</sup>
Fórmula F5	193,93 ± 19,87 <sup>d</sup>	3602,22 ± 115,41 <sup>c</sup>	21,00 ± 1,97 <sup>d</sup>	244,17 ± 75,77 <sup>b</sup>
Fórmula F6	686,65 ± 40,06 <sup>a</sup>	10687,29 ± 1802,81 <sup>a</sup>	68,83 ± 5,79 <sup>a</sup>	595,12 ± 164,06 <sup>a</sup>
Fórmula F7	460,50 ± 43,79 <sup>c</sup>	7554,60 ± 1397,50 <sup>b</sup>	31,86 ± 5,51 <sup>cd</sup>	325,41 ± 49,97 <sup>ab</sup>

Nota: FOS= Fruto-oligossacarídeo; INU= Inulina; PD= Polidextrose

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem entre si ( $P > 0.05$ ).

FONTE: O autor (2011).

As formulações contendo FOS (F1) e FOS adicionada de inulina (F4) e polidextrose (F5) apresentaram atributos de textura similares. A firmeza e a coesividade foram significativamente ( $p < 0,05$ ) menores com relação à formulação padrão, exceto para o índice de viscosidade (Tabela 5.2). Entretanto, a textura instrumental revelou que o FOS em menor concentração e combinado com a inulina e polidextrose (FOS/INU/PD) conferiu à formulação F7 uma textura que não diferiu ( $p > 0,05$ ) do padrão com sacarose, assim como às formulações com simples adição

de inulina (F2) e polidextrose (F3), que também não apresentam diferença significativa ( $p>0,05$ ). Dessa forma, as formulações INU, PD e FOS/INU/PD foram preparadas para análise sensorial e também foram analisadas quanto à composição química.

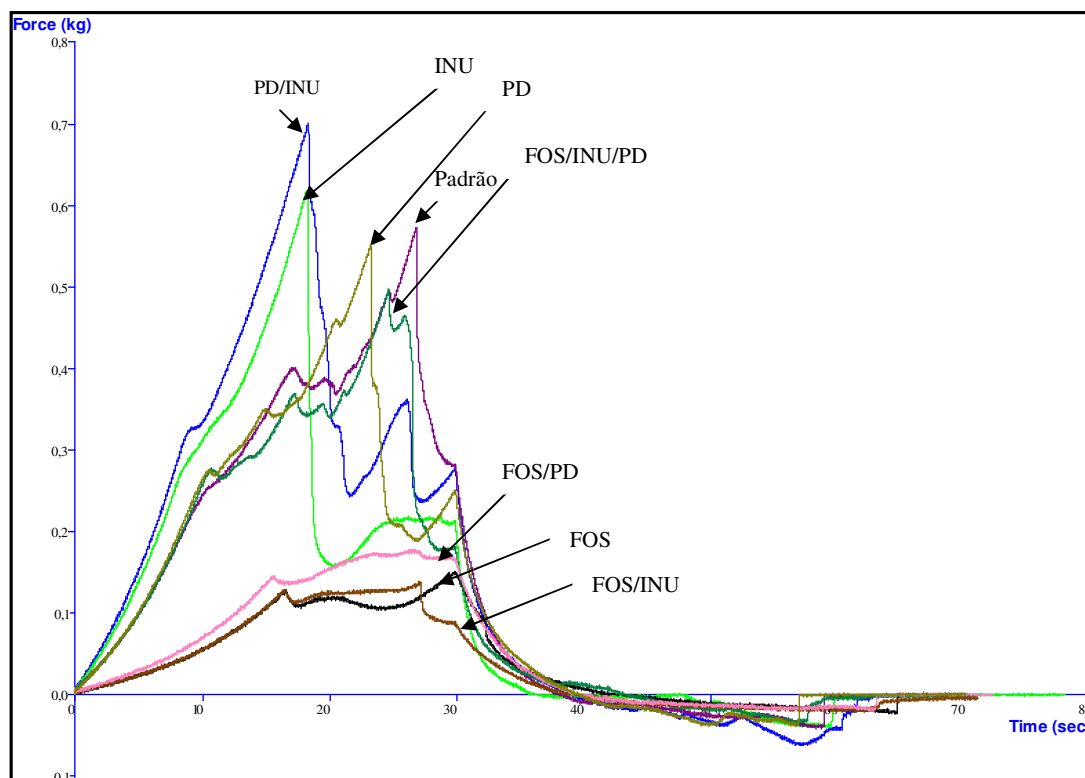


FIGURA 5.1 - ANÁLISE DE TEXTURA EM DIFERENTES FORMULAÇÕES DE GELATINA.

— PD/INU ; — INU ; — PD ; — Padrão ; — FOS/INU/PD ; — FOS/PD ; — FOS ; — FOS/INU

FONTE: O autor (2011).

Os atributos de firmeza e coesividade são os parâmetros de textura instrumental de maior importância para caracterização das formulações de gelatina testadas neste experimento e corroboram com as hipóteses descritas por BOURNE (1982). A medida de resistência à penetração do *probe* do analisador de textura é definida como índice de firmeza de géis e produtos gelificados é um ensaio muito comum para qualificar a textura. Nesse mesmo sentido, pode-se citar a coesividade como a força contrária à penetração, caracterizando assim o grau de gomosidade das amostras.

### 3.2 ANÁLISE SENSORIAL

Os resultados do teste de diferença do controle e preferência de sabor estão expressos na Tabela 5.3, permitindo verificar que as formulações com adição de inulina ou polidextrose apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ) da fórmula padrão e entre si com relação ao sabor. Somente a composição (FOS/INU/PD) não apresentou diferença do padrão ( $p > 0,05$ ) quanto ao atributo sabor. Os resultados obtidos confirmam que a formulação com simples adição de inulina obteve maior frequência do índice hedônico, que se refere na escala como “melhor que o padrão” com 71% de preferência de compra. A funcionalidade tecnológica da inulina está baseada no seu efeito em soluções aquosas, que em determinadas concentrações causa aumento da viscosidade e pode ser utilizada como um modificador reológico. A sobremesa contendo polidextrose (PD) foi considerada pelo grupo de julgadores como a segunda opção na preferência de sabor, porém, com preferência de compra em torno de 50% menor do que a primeira opção.

TABELA 5.3 – ANÁLISE SENSORIAL E PREFERÊNCIA PARA SOBREMESA DE GELATINA

AMOSTRAS	COMPARAÇÃO MULTIPLA	PREFERÊNCIA DE COMPRA (%)
Fórmula padrão (sacarose)	$3,53 \pm 1,62^a$	6,00
Fórmula F2 (INU)	$6,50 \pm 1,57^b$	71,0
Fórmula F3 (PD)	$4,83 \pm 3,91^c$	17,0
Fórmula F7 (FOS/INU/PD)	$3,64 \pm 2,75^a$	6,00

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem entre si ( $p > 0,05$ ).

FOS= Fruto-oligossacarídeo; INU= Inulina; PD= Polidextrose.

FONTE: O autor (2011).

Dentre as fórmulas analisadas sensorialmente, a gelatina padrão e a composição (FOS/INU/PD) apresentaram as menores médias de aceitação de sabor e preferência de compra. O estudo evidenciou que o atributo sabor de um alimento pode ser modificado pelo tipo de fibra alimentar presente na formulação, mesmo que essa fibra alimentar não atribua gosto ao produto final. Dessa forma, a mistura entre fibras, preferencialmente a inulina, e outros ingredientes como o extrato de erva-mate e aromatizantes conferiu um sabor característico e agradável ao alimento formulado.



### 3.3 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

As formulações com fibras apresentaram redução de até 92% no conteúdo de açúcares e consequentemente uma redução média de 77,53% no valor energético, devido à substituição da sacarose por fibras solúveis. Nas formulações avaliadas, não foram observadas diferenças significativas ( $p>0,05$ ) nos teores de proteínas e gorduras (Tabela 5.4). A adição de fibras solúveis à gelatina funcional permitiu que a sobremesa pudesse ser considerada fonte de fibra alimentar, atendendo o regulamento técnico para informação nutricional complementar (BRASIL, 1998b). A quantidade de 3% de fibra alimentar no produto pronto para consumo é o requisito mínimo para declaração de alegação funcional na rotulagem, como auxiliar no funcionamento do intestino ou contribuir para o equilíbrio da flora intestinal.

TABELA 5.4 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA PARA SOBREMESAS DE GELATINA.

COMPONENTES	FORMULAÇÕES			
	Padrão	F2 (INU)	F3 (PD)	F7 (FOS/INU/PD)
Carboidratos (g/100 g)	19,10 $\pm$ 0,28 <sup>a</sup>	1,51 $\pm$ 0,24 <sup>b</sup>	1,42 $\pm$ 0,11 <sup>b</sup>	1,64 $\pm$ 0,22 <sup>b</sup>
Proteínas (g/100 g)	3,16 $\pm$ 0,21 <sup>a</sup>	3,27 $\pm$ 0,17 <sup>a</sup>	3,18 $\pm$ 0,20 <sup>a</sup>	3,20 $\pm$ 0,25 <sup>a</sup>
Gorduras totais (g/100 g)	0,03 $\pm$ 0,01 <sup>a</sup>	0,02 $\pm$ 0,01 <sup>a</sup>	0,09 $\pm$ 0,02 <sup>a</sup>	0,04 $\pm$ 0,01 <sup>a</sup>
Fibras alimentares (g/100 g)	0,00 $\pm$ 0,00 <sup>b</sup>	3,22 $\pm$ 0,14 <sup>a</sup>	3,45 $\pm$ 0,19 <sup>a</sup>	3,36 $\pm$ 0,21 <sup>a</sup>
Umidade (g/100 g)	77,48 $\pm$ 0,49 <sup>b</sup>	91,74 $\pm$ 0,44 <sup>a</sup>	91,59 $\pm$ 0,38 <sup>a</sup>	91,51 $\pm$ 0,19 <sup>a</sup>
Cinzas (g/100 g)	0,12 $\pm$ 0,03 <sup>a</sup>	0,13 $\pm$ 0,04 <sup>a</sup>	0,16 $\pm$ 0,03 <sup>a</sup>	0,14 $\pm$ 0,04 <sup>a</sup>
Ácido 5-cafeilquínico (mg/100 g)	82,26 $\pm$ 0,35 <sup>a</sup>	82,36 $\pm$ 0,40 <sup>a</sup>	82,32 $\pm$ 0,36 <sup>a</sup>	82,24 $\pm$ 0,18 <sup>a</sup>
Rutina (mg/100 g)	4,84 $\pm$ 0,10 <sup>a</sup>	4,82 $\pm$ 0,15 <sup>a</sup>	4,77 $\pm$ 0,28 <sup>a</sup>	4,93 $\pm$ 0,14 <sup>a</sup>
Ácido cafeico (mg/100 g)	1,39 $\pm$ 0,08 <sup>a</sup>	1,46 $\pm$ 0,14 <sup>a</sup>	1,43 $\pm$ 0,13 <sup>a</sup>	1,28 $\pm$ 0,08 <sup>a</sup>
Cafeína (mg/100 g)	16,69 $\pm$ 0,40 <sup>a</sup>	16,38 $\pm$ 0,39 <sup>a</sup>	16,79 $\pm$ 0,29 <sup>a</sup>	16,91 $\pm$ 0,15 <sup>a</sup>
Valor energético, kcal/100g	89,3 $\pm$ 0,08 <sup>a</sup>	19,3 $\pm$ 0,23 <sup>b</sup>	19,2 $\pm$ 0,31 <sup>b</sup>	19,7 $\pm$ 0,37 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si ( $p>0,05$ ).

FOS= Fruto-oligossacarídeo; INU= Inulina; PD= Polidextrose.

FONTE: O autor (2011).

O conteúdo dos compostos bioativos (ácido 5-cafeilquínico, rutina, ácido cafeico e cafeína) não apresentou diferença significativa ( $p>0,05$ ) entre as formulações analisadas (Tabela 5.4). Para o extrato de erva-mate utilizado, o somatório de compostos fenólicos quantificados foi um valor médio de 88,52 mg

para 100 g de sobremesa de gelatina preparada. Os compostos fenólicos são os antioxidantes mais abundantes da dieta. O consumo diário pode atingir 1 g/dia em uma dieta que inclua frutas, hortaliças, chá e vinho tinto. Apesar da distribuição abundante em plantas, os efeitos desses compostos na saúde humana tornaram-se foco de atenção apenas na década de 90 (MANACH et al., 2004). As ações fisiológicas exercidas pelos compostos fenólicos estão relacionadas à redução do risco de doenças em função da elevada capacidade antioxidante (SCALBERT et al., 2005). Quanto mais os antioxidantes sequestram os radicais livres, menor a chance do indivíduo desenvolver diversas doenças crônico-degenerativas (STORZ, 2006).

A ingestão diária de cafeína deve ser moderada com doses de até 300 mg para adultos. Com base nos dados de consumo de produtos contendo cafeína, pode-se recomendar a ingestão diária de 4 mg/kg para adultos e 1 mg/kg para crianças e jovens até 18 anos (BARONE; ROBERTS, 1996). O consumo de 100 g de gelatina funcional de erva-mate contribui com a ingestão média de 16,70 mg de cafeína que equivale a 5,6% da dose recomendada para adultos. Portanto, as formulações podem ser consideradas seguras quanto à ingestão desse alcaloide.

#### **4 CONCLUSÕES**

A inulina adicionada à gelatina funcional apresentou um índice satisfatório de aceitação, pois realçou o sabor e aumentou a preferência de compra. Além disso, as formulações elaboradas com inulina (F2), polidextrose (F3) e a mistura FOS/INU/PD (F7) apresentaram propriedades coloidais similares à gelatina padrão com sacarose.

As formulações desenvolvidas com fibras e extrato de erva-mate apresentaram como diferencial o baixo valor calórico, os atributos fonte de fibras e substâncias bioativas da erva-mate, além de ser um alimento dietético. Dessa forma, a gelatina funcional e dietética pode ser consumida por diabéticos e por consumidores que fazem uso de alimentos funcionais.

## REFERÊNCIAS

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Teste de comparação múltipla em análise sensorial de alimentos e bebidas: NBR 13.526.** Rio de Janeiro, 1995. 9p.

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of AOAC International.** 17.ed. Gaithersburg, 2000. 2v.

BARONE, J.J.; ROBERTS, H. Caffeine consumption. **Food and Chemical Toxicology**, v. 34, p. 119-129, 1996.

BARROS NETO, B. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria.** 2.ed., Campinas: Unicamp, 2002. 401p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria n.29, de 13 de janeiro de 1998a. Aprova o Regulamento técnico referente a alimentos para fins especiais. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 20 de março de 1998. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria n.27, de 13 de janeiro de 1998b. Regulamento técnico referente à declaração de informação nutricional complementar. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 30 de março de 1998. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Saúde. Resolução n.386, de 05 de agosto de 1999. Regulamento técnico de aditivos utilizados segundo as boas práticas de fabricação e suas funções. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 09 de agosto de 1999. Seção 1.

BRASIL. Ministério de Saúde. Resolução RDC n.02, de 07 de janeiro de 2002. Regulamento Técnico de Substâncias Bioativas e Probióticos Isolados com Alegação de Propriedades Funcionais e ou de Saúde. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 09 de janeiro de 2002. Seção 1.

BOURNE, M.C. **Food Texture and Viscosity: concept and measurement.** New York: Academic, 1982. 325p.

BURGARDT, A.C. **Desenvolvimento de uma bebida, utilizando extrato de erva-mate verde (Ilex paraguariensis).** 2000. 113p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR.

CARABIN, I.G.; FLAMM, W.G. Evaluation of safety of inulin and oligofructose as dietary fiber. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**, v. 30, p. 268-282, 1999.

CLIFFORD, M.N. Diet-derived phenols in plasma and tissues and their implications for health. **Planta Medica**, v. 70, p. 1103-1114, 2004.

DUTRA, F.L.G. **Compostos fenólicos e metilxantinas em erva-mate armazenada em sistemas de estacionamento natural e acelerado**. 2008. 73p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR.

DUTRA, F.L.G. ; HOFFMANN-RIBANI, R. ; RIBANI, M. Determinação de compostos fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência isocrática durante estacionamento da erva-mate. **Química Nova**, v. 33, p. 119-123, 2010.

FERREIRA, V.L.P. **Análise Sensorial: testes discriminativos e afetivos**. Campinas: SBCTA, 2000. 127p.

FILIP, R.; LOTITO, S.B.; FERRARO, G.; FRAGA, C.G. Antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* and related species. **Nutrition Research**, v. 20, p. 1437-1446, 2000.

FLOOD, M.T.; AUERBACH, M.H.; CRAIG, S.A.S. A review of the clinical toleration studies of polydextrose in food. **Food Chemical and Toxicology**, v. 42, p. 1531-1542, 2004.

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas: métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 5.ed., São Paulo: IAL, 2005. 1v. 533p.

MANACH, C.; SCALBERT, A.; MORAND, C.; RÉMÉSY, C.; JIMÉNEZ, L. Polyphenols: food sources and bioavailability. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 79, p. 727-747, 2004.

MSTATC. Michigan States University. **MSTATC versão 2.10**. East Lansing, MI, 1989. 2 disquetes 3 ½ pol., MSDOS.

PARANÁ. Câmara Setorial da Cadeia Produtiva da Erva-Mate. **Produtos alternativos e desenvolvimento da tecnologia industrial na cadeia produtiva da erva-mate**. Curitiba, 2000. Série PADCT III, n.1. 160p.

SCALBERT, A.; JOHNSON, I.T.; SALTMARSH, M. Polyphenols: antioxidants and beyond. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 81, p. 215-217, 2005.

WAITZBERG, D.L. **Nutrição oral , enteral e parenteral na prática clínica**. 3.ed., Rio de Janeiro: Atheneu, 2000. 534p.

STARK, A.; MADAR, Z. Dietary fiber. In: GOLDBERG, I. **Functional Foods**. New York: Chapman and Hall, 1994. Cap.3, p.183-201.

STORZ, P. Reactive oxygen species-mediated mitochondria-to-nucleus signaling: a key to aging and radical-caused diseases. **Science STKE**, v. 332, p. 1-8, 2006.

## **CAPÍTULO 6**

### **MICROENCAPSULAÇÃO DE ERVA-MATE**

KLEBER BERTÉ, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI

Artigo a ser submetido à Revista FOOD HYDROCOLLOIDS

ISSN 0268-005X

JCR 3.196

## MICROENCAPSULAÇÃO DE ERVA-MATE

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### RESUMO

A microencapsulação é uma tecnologia utilizada para revestir produtos alimentícios e farmacêuticos com finas camadas poliméricas. O objetivo deste trabalho foi produzir microcápsulas de erva-mate por *spray-dryer*, utilizando como material encapsulante goma acácia, maltodextrina e gelatina. A caracterização dos microencapsulados foi realizada por meio de determinações químicas, tecnológicas e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As microcapsulas de erva-mate apresentaram os maiores índices de solubilidade em relação a maior concentração da maltodextrina, valores acima de 95%. O agente encapsulante gelatina permitiu obter microcápsulas de erva-mate com baixos índices de higroscopicidade. A aplicação de diferentes hidrocoloides como agentes encapsulantes permitiu obter microcápsulas de erva-mate com distintas propriedades químicas, tecnológicas e morfológicas.

**Palavras-chave:** microencapsulação, hidrocoloides, spray-dryer.

## MICROENCAPSULATION OF YERBA-MATE

KLEBER A.S. BERTÉ<sup>1</sup>, ROSEMARY HOFFMANN-RIBANI<sup>1</sup>

1. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, Curitiba, Brasil.

### ABSTRACT

Microencapsulation is a technology used to wrap food and pharmaceutical products with thin polymer layer. The aim of this study was to produce microcapsules of mate by spray-drying, using gum acacia as encapsulating material, maltodextrin and gelatin. The characterization of the microcapsules was performed using chemical analysis, technological and scanning electron microscopy (SEM). The microcapsules of mate showed the highest levels of solubility in relation to the greater concentration of maltodextrin, values above 95%. The gelatin encapsulating agent allowed obtaining microcapsules mate with low hygroscopicity. The application of different hydrocolloids as coating allowed obtaining microcapsules mate with different chemical properties, technological and morphological characteristics.

**Keywords:** microencapsulation, hydrocolloids, spray-dryer.

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 MICROENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação é uma tecnologia utilizada para empacotar sólidos, gotículas de líquidos ou material gasoso com finas coberturas poliméricas, formando pequenas partículas denominadas de microcápsulas, que podem liberar seu conteúdo sob condições específicas (TODD, 1970; REINECCIUS, 2004). O produto encapsulado é denominado de núcleo ou recheio, e o material que forma a cápsula, encapsulante, cobertura ou parede (GIBBS et al., 1999). As microcápsulas também podem ser descritas como embalagens extremamente pequenas, formadas por um polímero como material de parede e um produto ativo chamado de núcleo, empregadas para melhorar as características do produto ou desenvolver novas aplicações (ARSHADY, 1993).

O emprego da microencapsulação tem sido ampliado devido às novas necessidades que a indústria demonstra em propriedades cada vez mais complexas nas formulações, que muitas vezes só podem ser conferidas por meio dessa tecnologia (GOUIN, 2004). A microencapsulação é uma alternativa para modificar as características de um produto, melhorar a aparência, proteger e prolongar a funcionalidade de um ingrediente. Para indústria de alimentos, o uso dessa técnica reduz a reatividade do núcleo com o ambiente, diminui a velocidade de evaporação ou transferência do material do núcleo para o meio, facilita a manipulação do encapsulado, promove a liberação controlada, mascara odor e sabor desagradáveis, além de promover a diluição homogênea do material encapsulado em um produto alimentício (SHAHIDI; HAN, 1993).

### 1.2 AGENTE ENCAPSULANTE

Os ingredientes ativos adicionados aos alimentos incluem aromas, pigmentos, enzimas, conservantes, vitaminas, minerais e também outros mais recentes, como os micro-organismos probióticos e diversas outras classes de substâncias bioativas,



como compostos fenólicos, cafeína, ácidos graxos poli-insaturados e carotenoides (RISCH, REINECCIUS, 1988; GOLDBERG, 1994; KAILASAPATHY, 2006). A escolha do agente encapsulante ou material de parede depende de uma série de fatores, entre eles a não reatividade com o material a ser encapsulado, o processo utilizado para a formação da microcápsula e o mecanismo de liberação ideal. Muitos materiais podem ser utilizados como cobertura para as microcápsulas, dentre eles goma arábica, alginato, amido, amido modificado, dextrinas, sacarose, celuloses, mono e diacilgliceróis, óleos e gorduras, caseína, gelatina e os materiais inorgânicos como sulfato de cálcio e silicatos (JACKSON; LEE, 1991).

### 1.2.1 Goma acácia

A goma acácia ou arábica é um exsudato gomoso obtido dos galhos e troncos da *Acacia senegal* e outras espécies de acácia da família Fabaceae, de origem africana. A estrutura química desse polissacarídeo é complexa e muito ramificada, cuja cadeia principal é formada por unidades de galactose e ramificações secundárias de arabinose, ramnose, galactose e ácidos glucurônicos. O conteúdo de proteínas é próximo de 2% (GLICKSMAN, 1989; BE MILLER; WHISTLER, 1996).

A presença dessa pequena quantidade de proteína faz com que a goma arábica apresente efeito estabilizante e emulsificante, que a diferencia de outros polissacarídeos como, por exemplo, as maltodextrinas. Além disso, a goma acácia é a única entre as gomas alimentícias que apresenta alta solubilidade e baixa viscosidade em solução, o que facilita o processo de atomização (ROSENBERG et al., 1990). A goma acácia produzida industrialmente é purificada por simples processo físico de centrifugação e filtração, sem qualquer modificação química ou enzimática. O produto final é comercializado na forma pó ou granulada, obtido por processo de secagem em *spray-dryer* (THEVENET, 2009).

A goma acácia é reconhecida como aditivo pelo JECFA (*Joint Expert Committee on Food Additives* – FAO/WHO) que estabelece uma ingestão diária aceitável (IDA) não especificada, o que significa que a quantidade utilizada deve ser suficiente para atender a necessidade tecnológica. Nos Estados Unidos, o *Food and Drug Administration* (FDA) reconhece a goma arábica como segura, classificada

como GRAS (*Generally Recognized as Safe*) (THEVENET, 2009). No Brasil, a goma acácia é classificada como ingrediente funcional (fibra prebiótica solúvel) e como aditivo (INS 414) com a função estabilizante, espessante e emulsificante.

A principal propriedade da goma acácia é dar textura aos produtos alimentícios. Pode ser utilizada na estabilidade de emulsões, controle de viscosidade, cristalização, suspensão de partículas, inibição da liberação de água dos produtos alimentícios processados, podendo também funcionar como importante agente encapsulante (GLICKSMAN, 1989).

### 1.2.2 Maltodextrina

A maltodextrina é um hidrolisado de amido que consiste em unidades de glicose unidas principalmente por ligações glicosídicas  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4). As maltodextrinas são produzidas industrialmente por hidrólise ácida ou enzimática, ou a combinação de ambas, principalmente do amido de milho. As maltodextrinas são caracterizadas por sua dextrose equivalente (DE) e seu grau de polimerização (DP). O  $DE = 100/DP$  é uma medida do inverso do número de unidades de  $\alpha$ -D-glicose anidro. Assim, as propriedades das maltodextrinas estão ligadas ao DE e ao DP, que variam de acordo com o grau de hidrólise durante o processamento do amido (KENNEDY; KNILL; TAYLOR, 1995).

A dextrose usada como padrão é o amido (DE = 0) e a glicose (DE = 100). A definição de maltodextrina é todo amido hidrolisado com valores de dextrose equivalente (DE) entre 3 e 20. O valor do DE reflete na sua estabilidade e funcionalidade. A maltodextrina DE 20 é pouco higroscópica, não apresenta doçura e contribui como agente de corpo para formulações alimentícias. As maltodextrinas estão disponíveis comercialmente na forma de um pó branco, solúvel em água fria e apresentam baixa densidade (BE MILLER; WHISTLER, 1996; KENNEDY; KNILL; TAYLOR, 1995).

As maltodextrinas fornecem 4 kcal/g de energia e são muito utilizadas na microencapsulação de alimentos, principalmente por apresentarem baixo custo em comparação com outros hidrocolóides comestíveis. Além dessa propriedade tecnológica, as maltodextrinas também são utilizadas como substituto de gorduras,

agentes gelificantes e espessantes, para prevenir a cristalização, auxiliar na dispersibilidade e controlar o congelamento (CHRONAKIS, 1998). As maltodextrinas apresentam deficiência na propriedade emulsificante, o que não representa um problema se o material a ser encapsulado for solúvel em água ou se utilizar um emulsificante adicional. Dessa forma, as maltodextrinas são utilizadas para secagem de sucos concentrados de frutas, aromatizantes, edulcorantes e enzimas (REINECCIUS, 2001).

### 1.2.3 Gelatina

A gelatina é uma proteína hidrossolúvel de origem animal, obtida por hidrólise ácida (tipo A) ou básica (tipo B) do colágeno encontrado nos tecidos conectivos. Comercialmente, pele e ossos de diferentes espécies de animais, como bovinos, suínos, peixes e aves, são fontes de matéria-prima para produção de gelatina. A gelatina é caracterizada por sua força de gel (Bloom) e processo de extração utilizado na sua fabricação. A gelatina hidrata facilmente em água morna ou quente e fornece soluções de baixa viscosidade (HAUG et al., 2004; STEVENS, 2009).

Quimicamente, a gelatina é um polímero de alto peso molecular, cujas unidades básicas são os aminoácidos, ligados entre si por ligações peptídicas. A glicina constitui um terço dos aminoácidos da gelatina, outros 22% de prolina e hidroxiprolina e 45% estão distribuídos em 17 aminoácidos diferentes. As gelatinas comestíveis contêm entre 86% e 90% de proteínas, 1% a 2% de sais minerais e água. Não contêm carboidratos e gorduras. O produto comercial está na forma de pó ou grânulos incolores ou levemente amarelados, apresenta odor característico e sabor pouco pronunciado (LEDWARD, 2000; STEVENS, 2009).

O nome gelatina deriva do termo em latin *gelata* que significa firme, rígido e gelado, o que descreve a mais importante característica da gelatina que é formar gel em água (LEDWARD, 2000). A gelatina é amplamente utilizada na indústria de alimentos e o interesse em seu uso é devido às suas propriedades multifuncionais como a habilidade de formar géis estáveis e reversíveis (SEGTMAN; ISAKSSON, 2004). Outras propriedades da gelatina incluem estabilização, emulsificação, aeração e controle da textura em formulações alimentícias (STEVENS, 2009).

### 1.3 PROCESSO DE MICROENCAPSULAÇÃO

A seleção da técnica para microencapsulação depende da aplicação que será dada ao produto encapsulado, do tamanho desejado, do mecanismo de liberação e das propriedades físico-químicas, tanto do ingrediente ativo quanto do agente encapsulante. O tamanho e a forma das microcápsulas são muito variáveis em função do método e do agente encapsulante empregado. As técnicas mais utilizadas são *spray-dryer*, *spray chilling*, *spray cooling*, leite fluidizado, extrusão, co-cristalização e coacervação (DZIEDZAK, 1988, JACKSON; LEE, 1991).

A atomização (*spray-dryer*) é uma técnica relativamente barata, e a mais utilizada pela indústria de alimentos. É um dos métodos mais antigos de encapsulação, tendo sido usado na década de 1930 para preparar os primeiros compostos de sabor encapsulados (DZIEDZAK, 1988). A secagem por *spray-dryer* do extrato líquido da erva-mate (*Ilex paraguariensis*) com adição de hidrocolóides apresenta a capacidade de preservar o sabor e o aroma, além de contribuir para conservação do produto (CORREIA, 1958). Para que o alimento desidratado por *spray-dryer* mantenha as substâncias aromáticas é necessário adicionar ingredientes com capacidade de reter o aroma, impedindo sua perda durante o processo. Entre os agentes encapsulantes que são utilizados na industrialização de chás, podem ser citados: sacarose, lactose, glicose, dextrinas e goma arábica. Na indústria de alimentos, esses hidrocolóides podem ser empregados na elaboração de leite em pó, suco de frutas, chá e café solúvel (MASTERS, 1991; HANDARI et al., 1993; SILVA, 2007).

### 1.4 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi produzir microcápsulas de erva-mate por secagem em *spray-dryer*, utilizando como material encapsulante goma acácia, maltodextrina e gelatina, em diferentes proporções e combinações conforme delineamento experimental. A caracterização da formação dos microencapsulados de erva-mate foi realizada por meio de determinações físico-químicas e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 PROCESSAMENTO DAS MICROCÁPSULAS

#### 2.1.1 Erva-mate

As folhas *in natura* da erva-mate (*Ilex paraguariensis* A.St-Hil) foram obtidas de plantas com 15 anos de idade, de sistema adensado (nativa e cultivada), provenientes do município de São Mateus do Sul-PR, cedidas pela empresa Baldo S/A. As folhas frescas foram submetidas ao processamento agroindustrial, padronizado pela indústria para obter a erva-mate beneficiada tipo chimarrão. Uma exsicata da planta foi identificada pela professora Dr<sup>a</sup>. Elide Pereira do Departamento de Botânica da Universidade Federal do Paraná. Voucher Lenchinski, L.F., n. 1; coletado em 16/11/2010, depositado no herbário (UPCB).

#### 2.1.2 Preparo do extrato líquido

Para o preparo do extrato líquido em escala industrial, foi utilizada uma proporção de erva-mate beneficiada tipo chimarrão e água de 1:2 (p/v), e mantido em decocção durante 30 minutos à temperatura de 85 °C, adaptado de Burgardt (2000).

#### 2.1.3 Hidrocoloides encapsulantes

Os agentes encapsulantes foram adicionados ao extrato líquido de erva-mate na proporção de 15% (p/v). O delineamento experimental utilizado (Tabela 6.1) foi o *simplex-centroide*, para mistura de três componentes com duas repetições no ponto central (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2002).

TABELA 6.1 - DELINEAMENTO EXPERIMENTAL SIMPLEX-CENTROIDE

INGREDIENTES	FORMULAÇÕES								
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9
Goma acácia (g)	15	---	---	7,5	7,5	---	5,0	5,0	5,0
Gelatina (g)	---	15	---	7,5	---	7,5	5,0	5,0	5,0
Maltodextrina (g)	---	---	15	---	7,5	7,5	5,0	5,0	5,0

Ensaios foram aleatorizados.

FONTE: O autor (2011).

Os hidrocoloides utilizados foram goma acácia (*Colloïds Naturels International*), gelatina (Rousselot do Brasil) e maltodextrina DE20 (Corn Products Brasil). A especificação dos hidrocoloides utilizados consta da Tabela 6.2.

TABELA 6.2 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AGENTES ENCAPSULANTES.

ESPECIFICAÇÃO	HIDROCOLÓIDES		
	Goma acácia	Gelatina	Maltodextrina
Carboidratos (%)	0,10	0,00	95,00
Proteínas (%)	2,00	92,60	0,00
Fibra alimentar (%)	85,70	0,00	0,00
Lipídios (%)	0,00	0,00	0,00
Cinzas (%)	3,50	0,20	0,10
Umidade (%)	8,70	7,20	4,90
kcal/g	2,00	4,00	4,00

FONTE: THEVENET (2009); Colloïds Naturels International; Rousselot Brasil; Corn Products Brasil.

#### 2.1.4 Secagem em *spray-dryer*

As diferentes soluções (extrato líquido+agente encapsulante) foram submetidas à secagem em *spray-dryer* para obtenção das diferentes microcápsulas de erva-mate. O *spray-dryer* utilizado foi o modelo K 22/27 do fabricante Kohls (Guaramirim-SC, Brasil) com o bico do atomizador de 3 mm. As condições operacionais de secagem foram temperatura do ar de entrada 185 °C e de saída 83 °C, com pressão do ar de 4,5 bar, fluxo do ar de secagem com 5,5 m³/h e vazão mássica de alimentação de 200 g/minuto. As soluções foram mantidas a 40 °C durante a alimentação.

## 2.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

### 2.2.1 Determinação de sólidos solúveis e pH

As determinações de pH, sólidos solúveis e densidade aparente foram realizadas segundo as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2005).

### 2.2.2 Determinação da composição química

As determinações de umidade e cinzas foram realizadas de acordo com o Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2005); as determinações de lipídeos, proteínas e fibra alimentar foram realizadas de acordo com a AOAC International (2000) e a quantidade de carboidratos obtida por diferença. O valor energético foi calculado pela soma dos resultados da multiplicação dos fatores de conversão (9,0) para lipídeos e (4,0) para carboidratos e proteínas (BRASIL, 2003).

### 2.2.3 Determinação de compostos fenólicos por CLAE

O teor dos compostos fenólicos (ácido 5-cafeoilquínico (5-CQA), ácido cafeico e rutina) foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu, equipado com injetor manual Rheodyne de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A) operando em 325 e 370 nm, controlado pelo Software Class-VP. A análise foi conduzida em coluna Bondclone® C-18 (3,9 X 300 mm, 10  $\mu\text{m}$ ) da Phenomenex, utilizando metanol:água (35:65, v/v com 0,5% ácido acético) como fase móvel, num fluxo de 1  $\text{mL min}^{-1}$ . A quantificação na amostra foi realizada por padronização externa. Todas as determinações na amostra foram conduzidas em triplicata e os padrões de ácidos fenólicos (ácido cafeico, 5-CQA e rutina) adquiridos da marca Sigma (DUTRA et al., 2010).

#### 2.2.4 Determinação de metilxantinas

O conteúdo de metilxantinas (cafeína e teobromina) foi determinado em sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), empregando um cromatógrafo líquido da Shimadzu, controlado pelo Software Class-VP, equipado com injetor manual Rheodyne, com volume de injeção de 20  $\mu\text{L}$ , bomba (LC-10AD) e detector UV-Vis (SPD-10A), operando em 272 nm. A análise foi conduzida em coluna Sinergi<sup>®</sup> Hidro-RP 80A (3,9 X 150 mm, 4  $\mu\text{m}$ ) da Phenomenex. Utilizou-se como fase móvel metanol-água (25:75, v/v), e um fluxo de 1,0  $\text{mL min}^{-1}$ . A condição cromatográfica seguida foi conforme Dutra (2008).

#### 2.2.5 Determinação de atividade de água

A atividade de água ( $A_w$ ) foi determinada de acordo com método o especificado pelo fabricante, regulamentado pelo Departamento de Boas Práticas de Fabricação do *Food and Drug Administration* (FDA) (DECAGON DEVICES INC., 2001).

#### 2.2.6 Determinação da higroscopicidade

Para determinar a higroscopicidade, amostras de 2 g foram colocadas em um ambiente hermético contendo uma solução saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (81% UR) e mantidas a 25 °C durante uma semana. Após esse período, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade foi expressa em gramas de umidade por 100 g de massa seca da amostra (CAI; CORKE, 2000).



### 2.2.7 Determinação da solubilidade

O método consiste na adição de 1 g de amostra em recipiente contendo 100 mL de água quente, operando com agitação magnética de velocidade nível 4 do agitador magnético (Fisatom, São Paulo, Brasil), por período de 5 minutos. Posteriormente, uma alíquota de 25 mL da solução é retirada, filtrada com papel de filtro e levada à estufa a 105 °C, até peso constante. A solubilidade é calculada pela diferença de peso e expressa em g/100 g (EASTMAN; MOORE, 1984).

### 2.2.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia do mate puro e das microcápsulas foi analisada usando microscópio eletrônico de varredura JEOL mod. JSM-6360 LV do Departamento de Microscopia Eletrônica da UFPR. As amostras foram fixadas em um suporte metálico com auxílio de uma fita dupla-face de cobre, submetidas à metalização sob vácuo, a fim de torná-las eletricamente condutivas. A visualização foi realizada em aumentos de 1000 a 2000 vezes, com uma voltagem de excitação de 15 kV.

## 2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram processados por análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey para identificar os contrastes de médias quando F for significativo, adotando-se um valor de  $\alpha$  de 0,05 (5%) no teste de hipótese (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2002).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Os resultados da composição química demonstram que as diferentes proporções e combinações de hidrocoloides produzem microcápsulas com distintas características químicas (Tabela 6.3). O extrato puro de erva-mate foi utilizado como padrão de referência para comparação de composição e as demais amostras constituem as microcápsulas formuladas com goma arábica, gelatina e maltodextrina, conforme delineamento experimental.

TABELA 6.3 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE

FORMULAÇÕES	COMPONENTES (g/100 g)				
	Carboidratos	Proteínas	Fibra alimentar	Lipídeos	Cinzas
Extrato puro*	81,53 ± 0,06 <sup>b</sup>	3,76 ± 0,08 <sup>d</sup>	0,03 ± 0,01 <sup>d</sup>	0,71 ± 0,01 <sup>a</sup>	10,04 ± 0,10 <sup>a</sup>
F1 (GA)	32,95 ± 0,07 <sup>g</sup>	1,47 ± 0,23 <sup>e</sup>	54,80 ± 0,20 <sup>a</sup>	0,38 ± 0,06 <sup>b</sup>	6,72 ± 0,12 <sup>b</sup>
F2 (GE)	38,09 ± 0,07 <sup>f</sup>	52,07 ± 0,14 <sup>a</sup>	0,01 ± 0,01 <sup>d</sup>	0,52 ± 0,02 <sup>ab</sup>	4,89 ± 0,04 <sup>e</sup>
F3 (MD)	91,45 ± 0,64 <sup>a</sup>	0,49 ± 0,07 <sup>f</sup>	0,02 ± 0,01 <sup>d</sup>	0,36 ± 0,08 <sup>b</sup>	3,99 ± 0,19 <sup>f</sup>
F4 (GA+GE)	37,36 ± 0,11 <sup>f</sup>	28,57 ± 0,08 <sup>b</sup>	24,10 ± 0,59 <sup>b</sup>	0,52 ± 0,12 <sup>ab</sup>	5,66 ± 0,05 <sup>cd</sup>
F5 (GA+MD)	65,09 ± 0,61 <sup>c</sup>	0,59 ± 0,08 <sup>ef</sup>	24,91 ± 0,16 <sup>b</sup>	0,40 ± 0,04 <sup>b</sup>	5,31 ± 0,03 <sup>d</sup>
F6 (GE+MD)	62,13 ± 0,92 <sup>d</sup>	28,82 ± 0,52 <sup>b</sup>	0,02 ± 0,01 <sup>d</sup>	0,45 ± 0,02 <sup>ab</sup>	4,62 ± 0,11 <sup>e</sup>
F7 (GA+GE+MD)	50,72 ± 0,51 <sup>e</sup>	20,44 ± 0,22 <sup>c</sup>	18,82 ± 0,04 <sup>c</sup>	0,53 ± 0,02 <sup>ab</sup>	5,74 ± 0,08 <sup>c</sup>
F8 (GA+GE+MD)	51,72 ± 0,06 <sup>e</sup>	20,17 ± 0,08 <sup>c</sup>	17,88 ± 0,18 <sup>c</sup>	0,54 ± 0,04 <sup>ab</sup>	5,89 ± 0,16 <sup>c</sup>
F9 (GA+GE+MD)	51,61 ± 0,07 <sup>e</sup>	20,22 ± 0,16 <sup>c</sup>	17,94 ± 0,21 <sup>c</sup>	0,59 ± 0,13 <sup>ab</sup>	5,73 ± 0,28 <sup>c</sup>

\* A secagem do extrato puro de erva-mate, sem adição de agente encapsulante, foi utilizado como amostra de comparação.

Valores das médias ± SD (n=3). GA = goma acácia; GE = gelatina; MD = maltodextrina.

Médias por coluna, seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (5%).

FONTE: O autor (2011).

As microcápsulas de erva-mate formuladas constituem um sistema de ingredientes alimentícios composto por hidrocoloides e extrato de erva-mate. Esses novos ingredientes podem ser utilizados no desenvolvimento de produtos alimentícios e apresentam distintos atributos, além do sabor erva-mate. As aplicações podem ser diversas, incluído o desenvolvimento de bebidas funcionais (auxiliar funções do organismo), dietéticas (baixo valor calórico), nutricionais (fonte

de fibra e proteína), estimulantes (presença de cafeína) e antioxidantes (compostos fenólicos).

Para alimentos sólidos os atributos nutricionais e funcionais são similares às bebidas. Entretanto, existe a possibilidade de aumentar a concentração desses ingredientes com o objetivo de enriquecer o produto e melhorar as características nutricionais. Segundo o *Codex Alimentarius*, um produto alimentício acrescido de fibra alimentar pode apresentar dois atributos nutricionais: (1) alto teor de fibras quando 100 g do produto contém 6 g ou mais, e (2) fonte de fibras quando 100 g do produto contém 3 g ou mais (IMESON, 2009).

De acordo com Thenevet (2009), a goma acácia contribui com 2 kcal/g no valor energético do produto. Dessa forma, as microcápsulas produzidas com esse hidrocoloide apresentam redução do valor calórico quando comparadas às microcápsulas produzidas com maltodextrina e gelatina, que fornecem 4 kcal/g. O produto com goma acácia também apresenta um elevado teor de fibra solúvel prebiótica (auxilia o desenvolvimento de bactérias benéficas da microbiota intestinal), além de constituir uma alternativa para substituição de carboidratos e gorduras em produtos alimentícios para melhorar atributos sensoriais de textura. A goma acácia também atua como agente de turbidez para refrescos em pó e estabilizante para vinhos e cervejas.

As microcápsulas de erva-mate produzidas com gelatina podem ser utilizadas no desenvolvimento de sobremesas e produtos de confeitaria, devido a suas propriedades de hidratação, formação de géis termo-reversíveis, estabilização de emulsões e melhoria da textura. Segundo STEVENS (2009), a gelatina apresenta ponto de fusão entre 25 e 35 °C, o que contribui de forma favorável para uma textura diferenciada, uma vez que funde na boca.

De acordo com Chronakis (1998), a maltodextrina contribui com 4 kcal/g no valor energético do produto. As características químicas e tecnológicas permitem utilizar esse ingrediente como substituto de gorduras em alimentos, devido às suas propriedades similares às gorduras. A maltodextrina fornece atributos sensoriais como viscosidade e solubilidade, além de encapsular compostos voláteis do aroma. A combinação de agentes encapsulantes como goma arábica e maltodextrina tem se mostrado efetiva na microencapsulação de sabor e aroma por *spray-dryer* (REINECCIUS, 1991; SHAHIDI; HAN, 1993).

A mistura de diferentes hidrocoloides resultou em microcápsulas de erva-mate com distintas características químicas. A combinação desses agentes encapsulantes confere melhores propriedades tecnológicas, como menor higroscopicidade e escoabilidade, aliado às propriedades funcionais, nutricionais e dietéticas.

Os resultados da análise estatística, aplicados aos dados experimentais de retenção de compostos fenólicos e cafeína, obtidos na secagem do extrato puro de erva-mate e das microcápsulas, são apresentados na Tabela 6.4. O efeito da temperatura e secagem (185 °C), vazão mássica de alimentação e agente encapsulante não apresentam diferença significativa a 95% de confiança ( $p>0,05$ ), com exceção do extrato puro de erva-mate.

TABELA 6.4 - COMPOSTOS FENÓLICOS E CAFEÍNA PARA MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE

FORMULAÇÕES	COMPONENTES (mg/g)			
	Rutina	Ácido cafeico	5-CQA	Cafeína
Extrato puro*	9,13 ± 0,06 <sup>a</sup>	0,33 ± 0,01 <sup>a</sup>	38,31 ± 0,81 <sup>a</sup>	36,45 ± 0,33 <sup>a</sup>
F1 (GA)	3,95 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,13 ± 0,01 <sup>b</sup>	15,99 ± 0,23 <sup>b</sup>	15,44 ± 0,52 <sup>b</sup>
F2 (GE)	3,51 ± 0,21 <sup>b</sup>	0,10 ± 0,02 <sup>b</sup>	15,66 ± 0,26 <sup>b</sup>	15,24 ± 0,32 <sup>b</sup>
F3 (MD)	3,70 ± 0,27 <sup>b</sup>	0,10 ± 0,01 <sup>b</sup>	14,98 ± 0,36 <sup>b</sup>	15,27 ± 0,47 <sup>b</sup>
F4 (GA+GE)	3,54 ± 0,08 <sup>b</sup>	0,11 ± 0,01 <sup>b</sup>	14,58 ± 0,08 <sup>b</sup>	15,19 ± 0,25 <sup>b</sup>
F5 (GA+MD)	3,39 ± 0,33 <sup>b</sup>	0,09 ± 0,02 <sup>b</sup>	14,93 ± 0,04 <sup>b</sup>	14,53 ± 0,59 <sup>b</sup>
F6 (GE+MD)	3,68 ± 0,04 <sup>b</sup>	0,10 ± 0,01 <sup>b</sup>	15,41 ± 0,71 <sup>b</sup>	15,34 ± 0,36 <sup>b</sup>
F7 (GA+GE+MD)	3,40 ± 0,17 <sup>b</sup>	0,09 ± 0,01 <sup>b</sup>	14,44 ± 0,54 <sup>b</sup>	14,35 ± 0,17 <sup>b</sup>
F8 (GA+GE+MD)	3,65 ± 0,16 <sup>b</sup>	0,10 ± 0,01 <sup>b</sup>	15,32 ± 0,43 <sup>b</sup>	15,53 ± 0,25 <sup>b</sup>
F9 (GA+GE+MD)	3,53 ± 0,03 <sup>b</sup>	0,09 ± 0,01 <sup>b</sup>	15,58 ± 0,21 <sup>b</sup>	15,01 ± 0,07 <sup>b</sup>

\* A secagem do extrato puro de erva-mate, sem adição de agente encapsulante, foi utilizado como amostra de comparação.

Valores das médias ± SD (n=3). 5-CQA = Ácido 5-cafeoilquinico.

Médias por coluna seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (5%).

FONTE: O autor (2011).

A adição dos agentes encapsulantes produziu microcápsulas com menores concentrações de compostos fenólicos e cafeína, quando comparado ao extrato puro de erva-mate. Essa constatação era previsível, uma vez que o aumento no teor de sólidos com adição de hidrocoloides causa uma diluição dos compostos fenólicos e cafeína no produto final. Essa influência pode ser claramente verificada observando-se as microcápsulas produzidas nas mesmas condições de temperatura de secagem com diferentes agentes encapsulantes utilizados como material de parede.

### 3.2 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

A operação de secagem em *spray-dryer* consiste de quatro etapas: atomização do líquido, contato do líquido atomizado com o ar quente, evaporação da água e separação do produto em pó do ar de secagem, de modo que todas as etapas interferem nas características finais do pó. As condições do processo de secagem e as propriedades da solução atomizada influenciam o tamanho da partícula sólida, sua densidade, aparência e umidade (DZIEZAK, 1988).

De acordo com Canovas et al. (2005), o conhecimento das propriedades dos alimentos é fundamental para otimizar o processamento e a funcionalidade, além de reduzir os custos dos ingredientes em pó produzidos ou utilizados na indústria farmacêutica e alimentícia. Propriedades como umidade, atividade de água e higroscopicidade são essenciais para a estabilidade e o armazenamento dos pós, enquanto a solubilidade está diretamente relacionada à sua reconstituição. O conhecimento da densidade é essencial em processos industriais, no ajuste das condições de processamento, embalagem, estocagem e distribuição. A Tabela 6.5 apresenta os resultados para as propriedades tecnológicas das diferentes microcápsulas de erva-mate.

TABELA 6.5 - PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE.

FORMULAÇÕES	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS					
	pH	Aw	Densidade (g/mL)	Umidade (g/100 g)	Solubilidade (g/100 g)	Higroscopicidade (g/100 g)
Extrato puro*	5,44 <sup>a</sup>	0,33 <sup>a</sup>	0,14 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,93 ± 0,30 <sup>a</sup>	96,82 ± 0,11 <sup>a</sup>	12,32 ± 0,02 <sup>b</sup>
F1 (GA)	5,28 <sup>a</sup>	0,31 <sup>a</sup>	0,20 ± 0,01 <sup>a</sup>	4,18 ± 0,16 <sup>a</sup>	93,06 ± 0,04 <sup>c</sup>	13,52 ± 0,24 <sup>a</sup>
F2 (GE)	5,50 <sup>a</sup>	0,32 <sup>a</sup>	0,11 ± 0,01 <sup>a</sup>	4,42 ± 0,13 <sup>a</sup>	90,51 ± 0,04 <sup>d</sup>	8,37 ± 0,11 <sup>e</sup>
F3 (MD)	5,46 <sup>a</sup>	0,29 <sup>a</sup>	0,14 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,69 ± 0,40 <sup>a</sup>	95,19 ± 0,16 <sup>b</sup>	11,51 ± 0,06 <sup>c</sup>
F4 (GA+GE)	5,40 <sup>a</sup>	0,27 <sup>a</sup>	0,11 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,79 ± 0,58 <sup>a</sup>	92,48 ± 0,57 <sup>c</sup>	9,79 ± 0,06 <sup>d</sup>
F5 (GA+MD)	5,38 <sup>a</sup>	0,28 <sup>a</sup>	0,11 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,70 ± 0,31 <sup>a</sup>	95,40 ± 0,27 <sup>b</sup>	9,85 ± 0,18 <sup>d</sup>
F6 (GE+MD)	5,45 <sup>a</sup>	0,32 <sup>a</sup>	0,10 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,96 ± 0,41 <sup>a</sup>	94,41 ± 0,18 <sup>b</sup>	8,21 ± 0,12 <sup>e</sup>
F7 (GA+GE+MD)	5,42 <sup>a</sup>	0,27 <sup>a</sup>	0,12 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,75 ± 0,38 <sup>a</sup>	94,71 ± 0,49 <sup>b</sup>	11,41 ± 0,04 <sup>c</sup>
F8 (GA+GE+MD)	5,44 <sup>a</sup>	0,30 <sup>a</sup>	0,12 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,80 ± 0,58 <sup>a</sup>	94,47 ± 0,24 <sup>b</sup>	11,32 ± 0,05 <sup>c</sup>
F9 (GA+GE+MD)	5,40 <sup>a</sup>	0,28 <sup>a</sup>	0,12 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,91 ± 0,37 <sup>a</sup>	94,69 ± 0,33 <sup>b</sup>	11,49 ± 0,13 <sup>c</sup>

\* A secagem do extrato puro de erva-mate, sem adição de agente encapsulante, foi utilizado como amostra de comparação.

Valores das médias ± SD (n=3).

Médias por coluna seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (5%).

FONTE: O autor (2011).

O emprego desses agentes encapsulantes contribuiu para melhorar as propriedades físico-químicas, proporcionando um aumento no rendimento, além de contribuir de forma favorável para a reconstituição do produto em água e para uma maior estabilidade do produto frente à umidade.

### 3.2.1 Umidade e atividade de água

As microcápsulas produzidas com os diferentes agentes encapsulantes apresentaram valores de atividade de água ( $A_w$ ) inferiores a 0,40. Esse reduzido valor de atividade de água indica uma baixa disponibilidade de água para reações químicas e crescimento microbiano, o que é favorável para estabilidade de produtos desidratados (FENNEMA, 1996).

De acordo com a Tabela 6.5, as diferentes microcápsulas produzidas sob a mesma temperatura de secagem não apresentaram diferença significativa entre si, em relação à umidade, de modo que o uso da temperatura de 185 °C levou à redução da umidade nos diferentes produtos. O uso de temperaturas mais altas implica em uma maior diferença de temperaturas entre o produto atomizado e o ar de secagem, acarretando uma maior transferência de calor e, conseqüentemente, uma maior evaporação de água do produto, resultando em menores teores de umidade. No entanto, as microcápsulas produzidas com gelatina e goma arábica apresentaram valores de umidade maiores em relação às demais, embora essa diferença seja pequena. Essa variação nos conteúdos de umidade pode ser atribuída à estrutura química da goma arábica e da gelatina, que têm um grande número de ramificações com grupos hidrofílicos e, portanto, podem se ligar mais facilmente a moléculas de água, durante o processo de secagem ou manipulação das microcápsulas em pó.

Resultados semelhantes foram obtidos por Tonon et al. (2009) trabalhando com secagem em *spray-dryer* (138 a 202 °C) do suco de açaí; por Grabowski et al. (2006) em purê de batata seco em *spray-dryer* (150 a 220 °C) e por Cai; Corke (2000) trabalhando com microencapsulação de amarantho por *spray-dryer* (150 a 210 °C), quanto à umidade dos produtos obtidos. Os pesquisadores observaram que quanto maior a temperatura de secagem menor a umidade do produto final.

### 3.2.2 Densidade

As densidades das microcápsulas apresentaram valores estatisticamente semelhantes (Tabela 6.5). O fato das proporções de líquido e sólido terem sido similares em todas as formulações contribuiu para a semelhança das densidades aparentes.

A maior densidade aparente foi da amostra produzida com goma arábica (0,20 g/mL), seguida pela amostra com maltodextrina (0,14 g/mL). Quanto mais pesado o material, mais facilmente este se acomoda nos espaços entre as partículas, ocupa volumes menores resultando em maiores densidades. Além disso, as interações poliméricas entre os diferentes hidrocolóides e a erva-mate podem ter resultado em maiores ou menores espaços ocupados, o que representa em menores ou maiores densidades, respectivamente.

Segundo Cai; Corke (2000), a densidade aparente das microcápsulas obtidas por *spray-dryer* diminui com o aumento da temperatura de secagem e vazão mássica de alimentação. O aumento da taxa de secagem obtida com altas temperaturas, provavelmente, produz um aumento na superfície de contato e, conseqüentemente, um aumento no volume, o que causa uma redução na densidade das microcápsulas obtidas por *spray-dryer*.

### 3.2.3 Solubilidade

As partículas do extrato puro de erva-mate produzidas sem adição de hidrocolóides apresentou maior solubilidade, com diferença estatística significativa em relação às demais microcápsulas. As partículas produzidas com maltodextrina DE20 (F1) e as amostras com adição de 50% e 33% desse agente encapsulante não diferem significativamente entre si, e apresentaram índice de solubilidade acima de 95% e 94%, respectivamente. Cano-Chauca et al. (2005), em experimento sobre secagem por atomização de suco de manga, também observaram valores de solubilidade em torno de 95% para os pós produzidos com maltodextrina e goma arábica. A goma arábica foi bastante solúvel, o que era esperado, uma vez que esse hidrocolóide apresenta boa solubilidade. Entretanto, as microcápsulas F1 e F4 foram

iguais entre si, com índice de solubilidade acima de 92%, e diferentes das demais formulações com goma acácia com maior índice de solubilidade (F5, F7, F8 e F9). O processo de microencapsulação com a gelatina resultou em partículas pouco solúveis. A adição de gelatina apresentou redução na solubilidade das microcápsulas com o aumento da concentração de gelatina.

A Figura 6.1 mostra a superfície de resposta para o modelo quadrático para a solubilidade. A maltodextrina foi o agente encapsulante que mais influenciou a solubilidade das microcápsulas de erva-mate, sendo que os maiores índices de solubilidade foram obtidos quando se utilizaram as maiores concentrações de maltodextrina. A alta solubilidade desse hidrocoloide permite sua aplicação na secagem de produtos por *spray-dryer*, devido à facilidade de reconstituição em água de produtos atomizados.

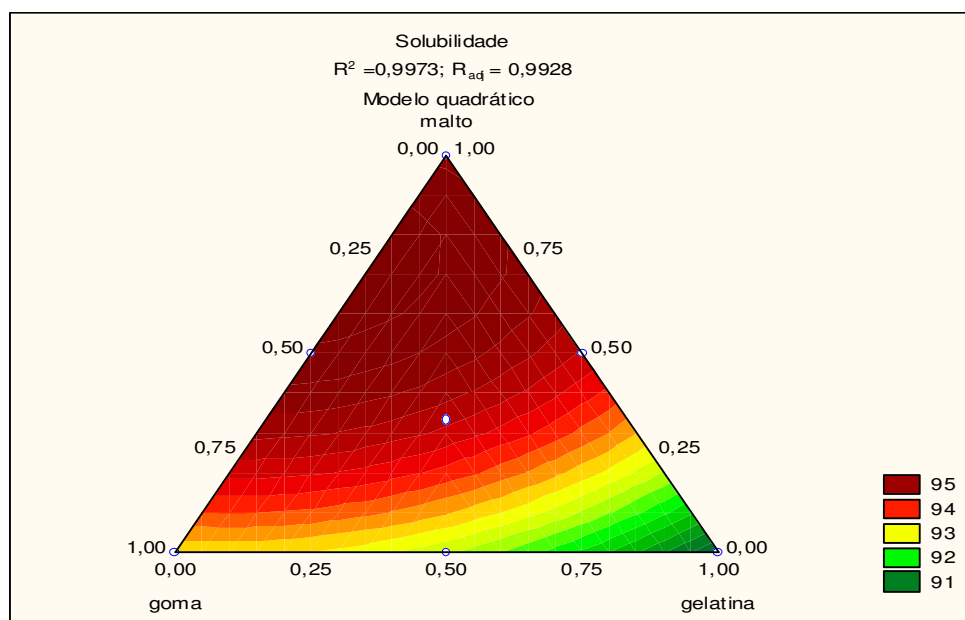


FIGURA 6.1 - DIAGRAMA TRIANGULAR RELATIVO AO ATRIBUTO SOLUBILIDADE.

FONTE: O autor (2011).

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,9973 e indica que o modelo explicou 99,73% ( $p=0,0005$ ) da variação dos dados observados para solubilidade. O modelo quadrático apresentou regressão significativa ao nível de 99% de confiança (F calculado superior ao F tabelado) e falta de ajuste não significativa no mesmo nível de confiança (F calculado inferior ao F tabelado). Sendo



assim, o modelo ajustado para a solubilidade no processo de secagem das microcápsulas de erva-mate em *spray-dryer* foi considerado preditivo.

De acordo com Schubert (1993), a reconstituição de um alimento em pó é determinada em quatro etapas, não necessariamente sequenciais: (1) penetração do líquido na estrutura do poro por capilaridade (molhabilidade), (2) imersão das partículas ou porções do pó dentro do líquido (imersibilidade), (3) dispersão do pó no líquido (dispersibilidade) e (4) dissolução para partículas solúveis (solubilidade). As propriedades associadas a essas quatro etapas são denominadas propriedades de instantaneidade. Para o pó alimentício com bons atributos de instantaneidade, essas etapas ocorrem em poucos segundos. Dessa forma, as microcápsulas de erva-mate produzidas com diferentes hidrocoloides apresentaram um tempo de instantaneização muito alto, o que representa um aspecto negativo em relação a esse atributo.

A alternativa utilizada para melhorar as propriedades de instantaneidade de pós é a aglomeração ou granulação. Nesse processo ocorre o aumento de tamanho das partículas pela formação de grânulos, com maior quantidade de ar intersticial e estrutura mais porosa (PIETSCH, 2003). Dessa forma, é possível obter pós alimentícios instantâneos, com ausência de pós finos (partículas com tamanho inferior a 50  $\mu\text{m}$ ), durante o processamento e manipulação (VISSOTTO et al., 2006). Os principais mecanismos de aglomeração aplicados nos produtos alimentícios são: (1) aglomeração por umidificação (introdução de um líquido na forma de *spray* e/ou vapor condensado sobre um leito de partículas); (2) aglomeração por secagem (quando o produto inicial é um líquido, e o processo é baseado na formação de pontes sólidas entre partículas antes que sua secagem se complete; e (3) aglomeração por compressão (SIMÕES et al., 2001).

#### 3.2.4 Higroscopicidade

Os resultados da análise estatística, aplicados aos dados experimentais de higroscopicidade obtidos na microencapsulação de erva-mate com diferentes hidrocoloides, são apresentados na Tabela 6.5.

A Figura 6.2 mostra a superfície de resposta para o modelo proposto. A gelatina foi a variável que mais influenciou a higroscopicidade do produto final, sendo que os menores valores de higroscopicidade foram obtidos quando se utilizaram as maiores concentrações de gelatina. Isso se deve ao fato de a gelatina ser um material com baixa higroscopicidade e confirma a eficiência de seu uso como agente encapsulante, no sentido de reduzir a higroscopicidade de produtos desidratados em *spray-dryer*.

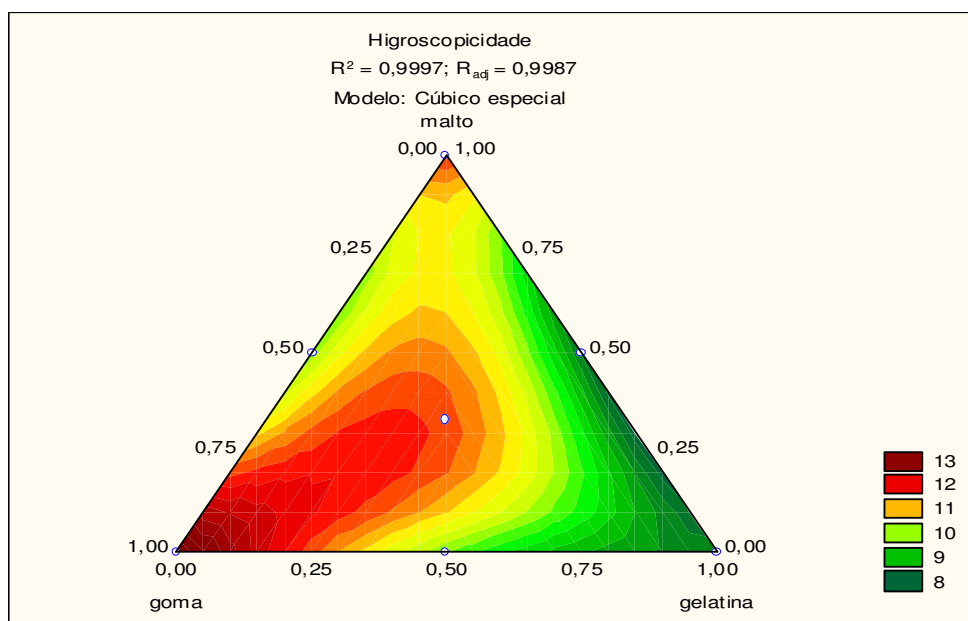


FIGURA 6.2 - DIAGRAMA TRIANGULAR RELATIVO AO ATRIBUTO HIGROSCOPICIDADE

FONTE: O autor (2011).

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,9997, indicando que o modelo explicou 99,97% ( $p=0,001$ ) da variação dos dados observados para higroscopicidade. O modelo cúbico especial apresentou regressão significativa ao nível de 99% de confiança (F calculado superior ao F tabelado) e falta de ajuste não significativa no mesmo nível de confiança (F calculado inferior ao F tabelado). Sendo assim, o modelo ajustado para a higroscopicidade no processo de secagem das microcápsulas de erva-mate em *spray-dryer* foi considerado preditivo.

### 3.3 MORFOLOGIA

#### 3.3.1 Microestrutura do extrato puro de erva-mate

Na imagem macroscópica do extrato puro de erva-mate, apresentada na Figura 6.3, pode ser observada que a amostra se apresenta como um pó fino e esverdeado, com tendência à aglomeração, devido à sua alta higroscopicidade. Analisando a Figura 6.4 (aumento 300x) e Figura 6.5 (aumento 1000x), percebe-se que a estrutura microscópica do pó é formada por partículas esféricas de diâmetro variado. As esferas apresentam superfície lisa, em sua maioria, com algumas partículas com leve rugosidade superficial. As partículas apresentam poucas rachaduras ou poros superficiais, com ausência de superfícies cristalinas e aderência das partículas de menor diâmetro em torno das maiores, caracterizando o produto como amorfo.



FIGURA 6.3 - CARACTERÍSTICA MACROSCÓPICA DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE

FONTE: O autor (2011).

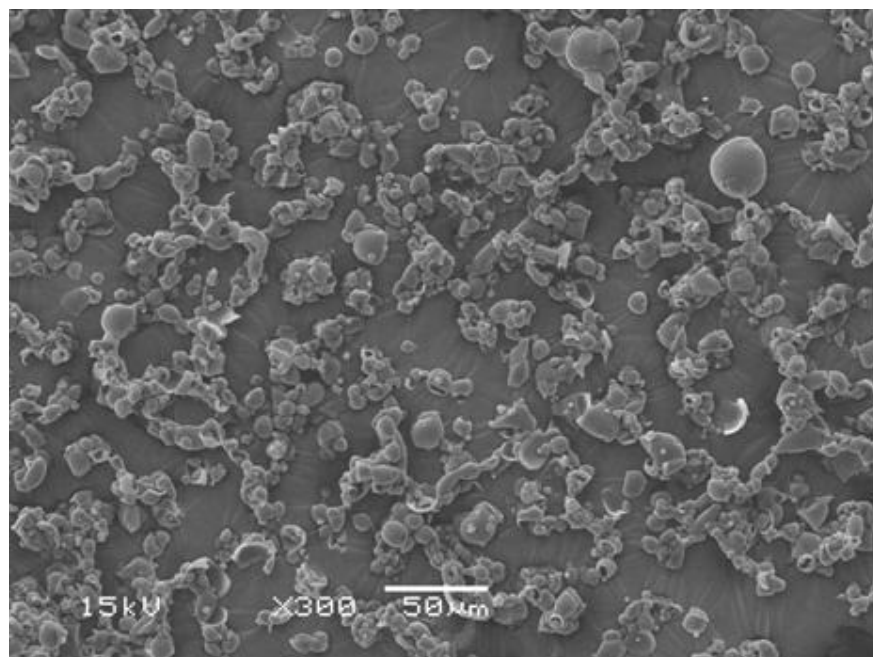


FIGURA 6.4 - MORFOLOGIA DAS PARTICULAS DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE (300X)

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV.

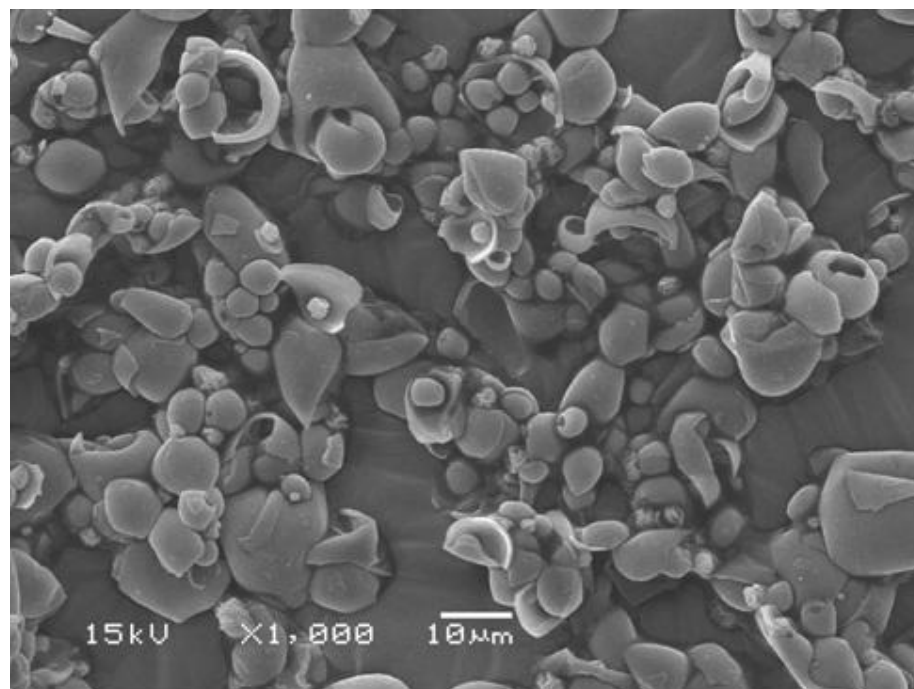


FIGURA 6.5 - MORFOLOGIA DAS PARTICULAS DO EXTRATO PURO DE ERVA-MATE (1000X)

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV.

### 3.3.2 Microestrutura das microcápsulas de erva-mate

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresentadas na Figura 6.6 (goma acácia), Figura 6.7 (gelatina) e Figura 6.8 (maltodextrina) correspondem às microcápsulas produzidas por *spray-dryer* com temperatura de ar de 185 °C.

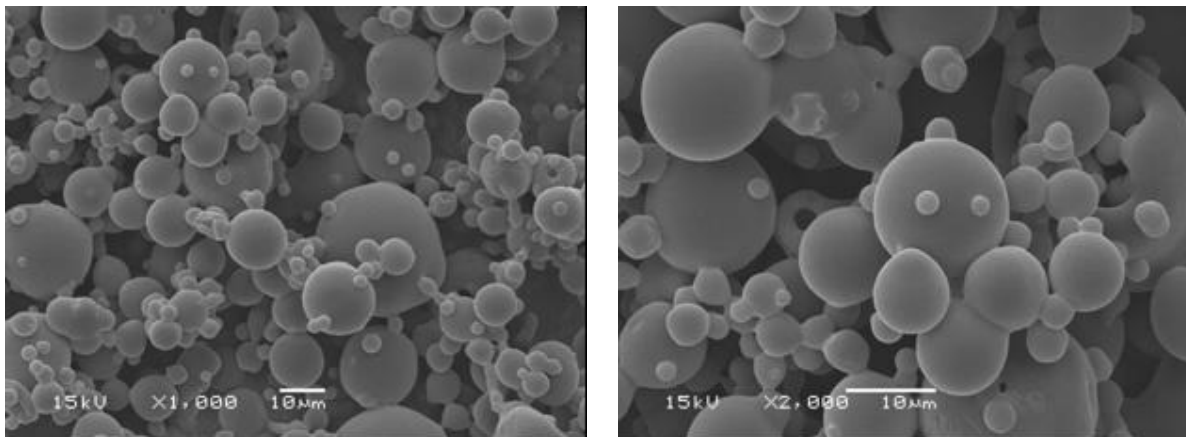


FIGURA 6.6 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM GOMA ACÁCIA.

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

As microcápsulas de erva-mate com goma acácia apresentam formato esférico, característico do processo de secagem por *spray-dryer*, de tamanho variado, com diâmetro entre 2 e 30  $\mu\text{m}$  aproximadamente. As partículas produzidas com goma acácia foram as que apresentaram menor diâmetro médio, porém próximo das partículas produzidas com maltodextrina DE20 (Figura 6.8). As microcápsulas apresentaram superfície uniforme predominantemente lisa e sem rachaduras ou poros.

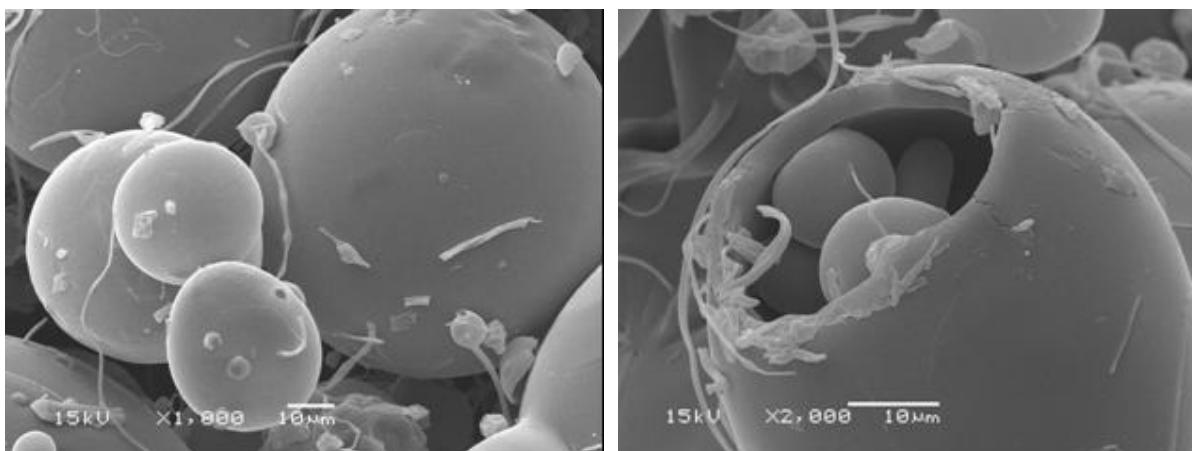


FIGURA 6.7 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM GELATINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

As microcápsulas de erva-mate com gelatina também apresentaram formato esférico de tamanho variado, porém de maior diâmetro, variando entre 34 e 90  $\mu\text{m}$  aproximadamente. A superfície apresentou-se levemente rugosa e com poucas rachaduras. Na Figura 6.7 é possível observar uma microcápsula aberta com partículas em seu interior, característica do processo de microencapsulação. As formulações contendo gelatina também apresentaram filamentos ao redor das microcápsulas, característica observada em todas as microcápsulas adicionadas desse hidrocoloide.

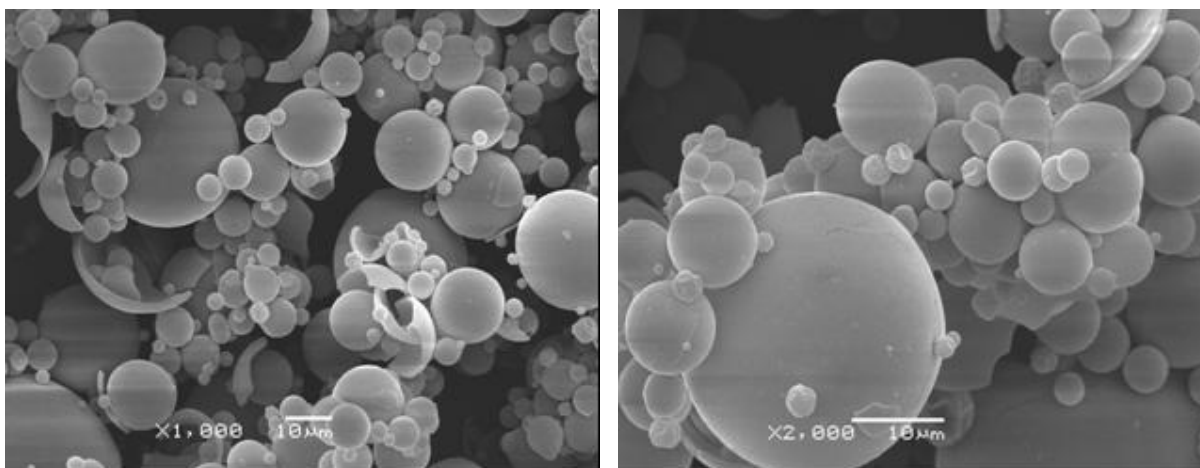


FIGURA 6.8 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS DE ERVA-MATE COM MALTODEXTRINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

As microcápsulas de erva-mate com maltodextrina (Figura 6.8) apresentaram formato esférico de tamanho variado, similar a goma acácia, com diâmetro entre 3 e 35  $\mu\text{m}$  aproximadamente. As microcápsulas apresentaram uma tendência à aglomeração das partículas de menor diâmetro em torno das maiores, além de uma determinada quantidade de partículas com superfície rugosa. A formação de superfícies rugosas é uma característica indesejável e muito frequente em polímeros. De acordo com Rosenberg et al. (1985), a formação de microestruturas desse tipo afeta as condições de escoamento do material.

As imagens apresentadas na Figura 6.9 (goma acácia / gelatina), Figura 6.10 (goma acácia / maltodextrina) e Figura 6.11 (gelatina / maltodextrina) correspondem às microcápsulas produzidas por *spray-dryer* com a mistura de dois hidrocoloides.

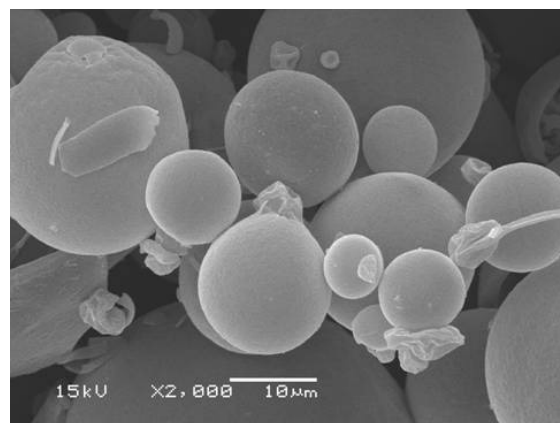
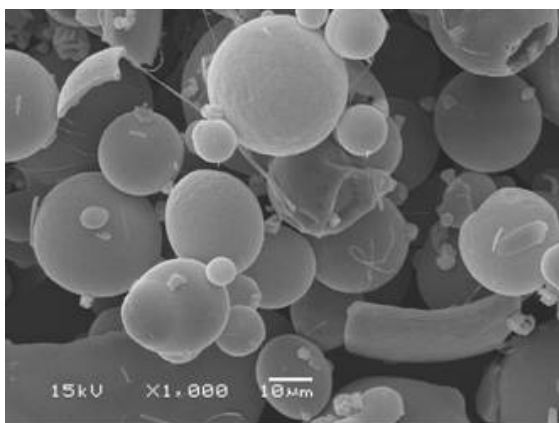


FIGURA 6.9 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA E GELATINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

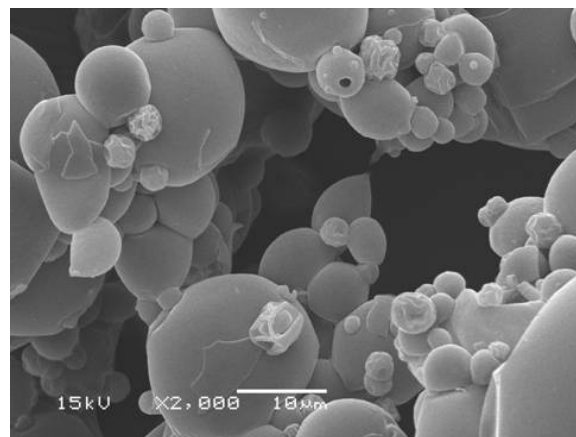
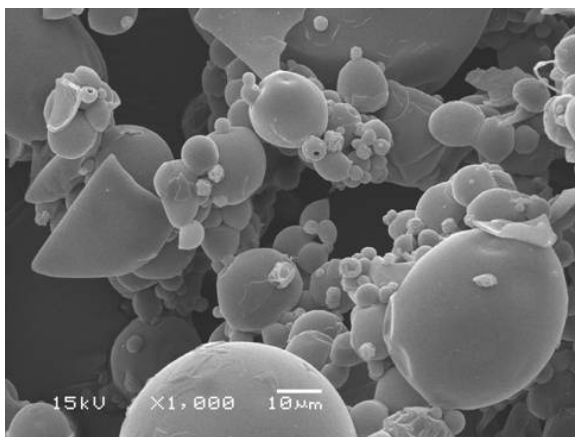


FIGURA 6.10 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA E MALTODEXTRINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

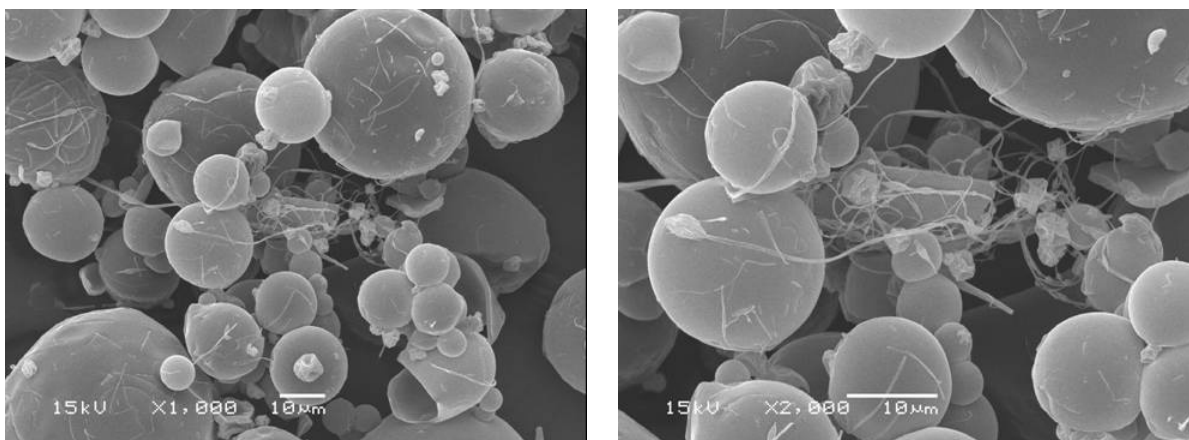


FIGURA 6.11 - MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS COM GELATINA E MALTODEXTRINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

De acordo com as Figuras 6.9, 6.10 e 6.11, as diferentes microcápsulas de erva-mate apresentaram formato esférico, o que é característico de pós produzidos pelo processo de *spray-dryer*. As superfícies das partículas foram predominantemente lisas, embora algumas tenham apresentado uma superfície completamente rugosa. Segundo Thies (2001), as depressões que aparecem nas superfícies são formadas devido à contração das partículas durante a secagem e o resfriamento. Além disso, a extensão das depressões observadas em partículas produzidas por *spray-dryer* é função da natureza do agente encapsulante utilizado, sendo significativa naquelas que possuem cobertura com polissacarídeos (maltodextrina).

Nijdam et al. (2006) observaram a formação de partículas mais rígidas quando utilizaram temperaturas mais altas, na produção de partículas de leite em pó em *spray-dryer*. De acordo com os autores, quando a temperatura é suficientemente alta, a umidade evapora rapidamente e a superfície se torna seca e dura, de modo que as partículas não murcham quando o vapor formado dentro do vacúolo condensa (no momento em que se movem para as regiões mais frias do secador). No entanto, quando a temperatura de secagem é mais baixa, a superfície das partículas permanece úmida e flexível por mais tempo e, dessa forma, as partículas podem ficar murchas e enrugadas, quando resfriadas.

As imagens apresentadas na Figura 6.12 correspondem às microcápsulas produzidas com a interação dos três diferentes hidrocoloides. As microcápsulas apresentam características dos três agentes encapsulantes, com formato esférico,



superfície lisa em função da goma acácia, leve tendência para aglomerar devido à presença da maltodextrina e filamentos incorporados a superfície das partículas devido a gelatina.

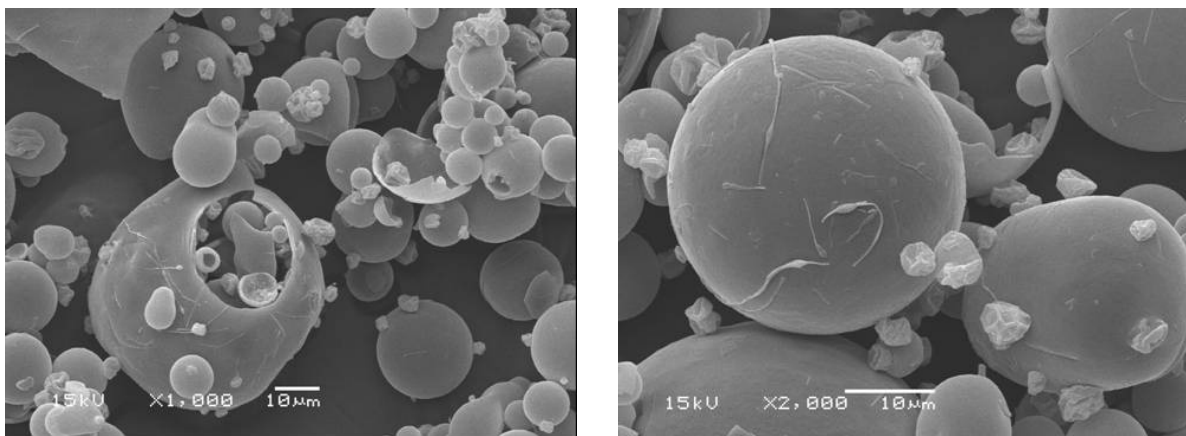


FIGURA 6.12 - MICROCÁPSULAS COM GOMA ACÁCIA, GELATINA E MALTODEXTRINA

FONTE: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). JEOL MOD. JSM-6360 LV

#### 4 CONCLUSÕES

A tecnologia de microencapsulação por *spray-dryer* utilizando diferentes hidrocoloides (agentes encapsulantes) permitiu obter microcápsulas de erva-mate com distintas propriedades químicas, funcionais, tecnológicas e morfológicas. A superfície de resposta para os modelos propostos foi preditivo para definir que a maltodextrina e a gelatina foram os agentes encapsulantes que influenciam significativamente a higroscopicidade e a solubilidade das microcápsulas de erva-mate, respectivamente.

## REFERÊNCIAS

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of AOAC International**. 17<sup>th</sup>. ed. Gaithersburg. 2000. v. 2.

ARSHADY, R. Microcapsules for food. **Journal of Microencapsulation**, v. 10, n. 4, p. 413-435, 1993.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2.ed., Campinas: Editora Unicamp, 2002. 401p.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Resolução RDC n. 277 de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para café, cevada, chá, erva-mate e produtos solúveis. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 23 de setembro de 2005.

CORREIA, D. **Mate solúvel**. Curitiba, 1958. Tese de concurso para 5º cadeira de Química orgânica e tecnologia rural. Universidade Federal do Paraná. 65p.

BE MILLER, J.N.; WHISTLER, R.L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O.R. **Food Chemistry**. New York: Marcel Dekker, 3.ed., 1996, p.157-224.

BURGARDT, A.C. **Desenvolvimento de uma bebida, utilizando extrato de erva-mate verde (Ilex paraguariensis)**. Curitiba, 2000. Dissertação de Mestrado em Tecnologia de Alimentos. Universidade Federal do Paraná. 113p.

CAI, Y.Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 1248-1252, 2000.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, p. 420-428, 2005.

CÁNOVAS, G.V.B.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**, Boca Raton: Taylor & Francis, 2005, p.39-71.

CECCHI, H.M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**, 2.ed., Campinas: Unicamp, 2003.

CHRONAKIS, I.S. On the molecular characteristics, compositional properties, and structural-functional mechanisms of maltodextrins: A Review. **Critical Reviews in Food Science**, v. 38, n. 7, p. 599-637, 1998.

DECAGON DEVICES INC. **Water activity meter: operator's manual**. 3. ed. Pullman, WA: Decagon, 2001. 185p.

DUTRA, F.L.G.; HOFFMANN-RIBANI, R.; RIBANI, M. Determinação de compostos fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência isocrática durante estacionamento da erva-mate. **Química Nova**, v. 33, p. 119-123, 2010.

**DUTRA, F.L.G.** Compostos fenólicos e metilxantinas em erva-mate armazenada em sistemas de estacionamento natural e acelerado. **Dissertação, Curitiba, PR, 2008. 73p.**

DZIEZAK, J.D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, v. 42, n. 4, p. 136-148, 1988.

EASTMAN, J.E.; MOORE, C.O. **Cold water soluble granular starch for gelled food compositions.** US Patent, 4, p. 465-702, 1984.

GIBBS, B.F. Encapsulation in the food industry: a review. **International Journal Food Science and Nutrition**, v. 50, p. 213-224, 1999.

FURUTA, T. HAYASHY, H.e OHASHI, T. Some criteria of spray dryer design for food liquid. **Drying Technology**, v. 12, n. 162, p. 151-177, 1994.

GAUDY, D.; PUECH, A.; JACOB, M. Role de l'adjuvant dans l'optimisation de la production d'un extrait sec vegetal nebulise : cas de l'extrait de noix vomique. **Pharmaceutica Acta Helvetiae**, v. 66, n. 1, p. 5-10, 1991.

GLICKSMAN, M. **Food Hydrocolloids.** v. II, 2.ed., Boca Raton: CRC Press, p.7-29, 1989.

GOLDBERG, I. **Functional Foods.** New York: Chapman and Hall, 1994. Cap.3, p.183-201.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science and Technology**, v. 15, n. 7-8, p. 330-347, 2004.

GRABOWSKI, J.A.; TRUONG, V.D.; DAUBERT, C.R. Spray-drying of amylase hydrolyzed sweetpotato puree and physicochemical properties of powder. **Journal of Food Science**, v. 71, n. 5, p. 209-217, 2006.

HAUG, I. J.; DRAGET, K. I.; SMIDSRØD, O. Physical and rheological properties of fish gelatin compared to mammalian gelatin. **Food Hydrocolloids**, v. 18, n. 2, p. 203-213, 2004

HANDARI, B.R.; et al. Spray drying of concentrated fruit juice. **Drying Technology**, v. 11, n. 5, p.1081-1092, 1993.

HOFFMANN-RIBANI, R. **Compostos fenólicos em erva-mate e frutas.** Campinas, 2006. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.

HOGKAMP, S.; SCHUBERT, H. Rehydration of food powders. **Food Science and Technology International**, v.9, n.3, p.223-235, 2003.

IVESON, S. M.; LITSTER, J. D.; HAPGOOD, K. e ENNIS, B. J. Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review. **Powder Technology**, v. 117, n. 1-2, p. 3-39, 2001.

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas: métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 5.ed. São Paulo: IAL, 2005. v. 1, 533 p.

IMESON, A. **Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents**. Oxford, UK: Wiley Blackwell, 2009, 356p.

JACKSON, L.S.; LEE, K. Microencapsulation and the food industry. **Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie**, v. 24, n. 4, p.289-297, 1991.

JENSEN, J. D. Advances in agglomerating, instantizing, and spray drying. **Food Technology**, v. 29, n. 6, p. 60, 1975.

KENNEDY, J.F.; KNILL, C.J.; TAYLOR, D.W. Maltodextrins. In: KEARSLEY, M.W.; DZIEDZIC, S.Z. (Eds.). **Handbook of Starch Hydrolysis Products and their Derivatives**. London: Blackie Academic & Professional, 1995, p. 65-82.

KIMURA, Y.; TERAUCHI, M., Process for producing granular cocoa. **Patent, US6007857**, 1999.

KHOKHAR, S., MAGNUSDOTTIR, S.G.M. Total phenol, catechin, and caffeine contents of teas commonly consumed in the United Kingdom. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 3, p. 565-570, 2002.

KNIGHT, P. C. Structuring agglomerated products for improved performance. **Powder Technology**, v. 119, n. 1, p. 14-25, 2001.

KAILASAPATHY, K. Survival of free and encapsulated probiotic bacteria and their effect on the sensory properties of yoghurt. **LWT - Food Science and Technology**, v. 39, n. 10, p. 1221-1227, 2006.

LEDWARD, D.A. Gelatin. In: PHILLIPS, G.O.; WILLIAMS, P.A. **Handbook of Hydrocolloids**. Boca Raton: CRC Press, 2000, p. 67-86.

LEPREVOST, A. **Química e Tecnologia da Erva-mate (*Ilex paraguariensis*, St. Hil)**. Curitiba: Instituto de Tecnologia do Paraná, 1987. Boletim Técnico n.53. 53p.

LIST, P.H.; SCHMIDT, P.C. **Phytopharmaceutical Technology**. Boca Raton: CRC, 1989.

MASTERS, K. **Spray Drying Handbook**. 3.ed., New York: John Wiley & Sons Inc, 1979, 687p.

MASTERS, K. **Spray Drying Handbook**. 5.ed., New York: Longman Scientific & Technical, 1991, 725p.

MOURA, T.F.; GAUDY, D.; JACOB, M.; TEROL, A.; PAUVERT, B.; CHAUVET, A. vitamin C spray-drying: Study of the thermal constraint. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, v. 22, n. 5, p. 393-400. 1996.

NONHENBEL, G.; MOSS, A.A.H. **Drying of Solids in the Chemical Industry**. 1.ed., London: Butterworth & Co., 1971. 299p.

O'HAGAN, P.; HASAPIDIS, K.; CODER, A.; HELSING, H.; POKRAJAC, G. Particle size analysis of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005, p.215-245.

PIETSCH, W. An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration. **Powder Technology**, v. 130, n. 1-3, p. 8-13, 2003.

PRISTA, L.N.; ALVES, A.C.; MORGADO, R. **Tecnologia Farmacêutica**. 5.ed., v. 1. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1995.

PRISTA, L.N. **Técnica Farmacêutica e Farmácia Galenica**. 3.ed., v. 2, Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1990.

PUECH, M. **Elaboration d'un extrait sec nebulisé de Vigne rouge. Place des substances auxiliaires**. Montpellier: Faculté de Pharmacie, 1991. Tese (Doutorado em Farmácia). 219p.

REINECCIUS, G.A. Carbohydrates for flavor encapsulation. **Food Technology**, v. 44, p. 144-149, 1991.

REINECCIUS, G.A. The spray drying of food flavors. **Drying Technology**, v. 22, n. 6, p. 1289-1324, 2004.

RISCH, S.J.; REINECCIUS, G.A. **Flavor Encapsulation**. Washington, DC: ACS, 1988. p.29-36.

ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I.J.; TALMON, Y. Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 38, n. 5, p. 1288-1294, 1990.

RUMPF, H. The strenght of granules and agglomerates. **Agglomeration, Interscience**. Nova York: 1958. p.379-410.

SANDERSON, G.W.; ENGLEWOOD, N.J., COGGON, P., ORANGEBURG, N.Y. **Green tea conversion using tannase and natural tea enzyme**. U.S. Patent. 3.812.266. 1974.

SANDERSON, G.W.; HOEFLER, A.G.; GRAHAM, H.N.; COGGON, P. **Cold water extractable tea leaf and process**. U.S. Patent 4.051.264. 1977.

SCHUBERT, H. Instantization of powdered food products. **International Chemical Engineering**, v. 33, n. 1, p. 28-45, 1993.

SEGTNAN, V. H.; ISAKSSON, T. Temperature, sample and time dependent structural characteristics of gelatine gels studied by near infrared spectroscopy. **Food Hydrocolloids**, v. 18, n. 1, p. 1-11, 2004.

SHAHIDI, F., HAN, X., Encapsulation of food ingredients. **Critical Review in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.

SILVA, F.A. **Avaliação tecnológica e atividade antioxidante de produtos secos por spray-drying de Ilex paraguariensis A.St. Hil. – Aquifoliaceae (erva-mate)**. Porto Alegre, 2007. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 243p.

SIMÕES, C.A.M.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. **Farmacognosia da Planta ao Medicamento**. 3.ed., Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, 2001. 833p.

SONAGLIO, D. **Developpement de systemes multiparticulaires par extrusion/spheronisation: Étude physico-chimique et pharmacotechnique de sphéroïdes a base de polymeres cellulosiques**. Montpellier, 1996. Tese de Doutorado. Faculté de Pharmacie, Université de Montpellier I.

STEVENS, P. Gelatine. In: IMESON, A. (Ed.). **Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents**, Oxford, UK: Wiley Blackwell, 2009, p.116-144.

THIES, C. Microencapsulation: what it is and purpose. In: VILSTRUP, P. **Microencapsulation of food ingredients**. Surrey: Leatherhead Publishing, 2001, p.1-30.

TODD, R. D. Microencapsulation and flavour industry. **Flavour Industry**, v. 1, n. 11, p. 768-771, 1970.

TONON, R.V.; BRABET, C.; HUBINGER, M.D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, p. 444-450, 2009.

## CONCLUSÕES GERAIS

As folhas da erva-mate apresentam compostos químicos que têm permitido o seu uso industrial em diversos produtos, além do tradicional chimarrão. Podem ser citadas aplicações para a erva-mate e seus extratos na produção de novos alimentos, produtos cosméticos e fitoterápicos.

A erva-mate solúvel (extrato de mate) obtida apresentou um alto conteúdo de compostos fenólicos e metilxantinas, o que caracteriza o produto com propriedades químicas e funcionais para uso e aplicação no desenvolvimento de novos produtos. Considerando a composição química da erva-mate e seus atributos funcionais, há um enorme potencial de inovação que deve ser explorado. O desenvolvimento de novos produtos à base de erva-mate estimula a atividade agrícola ervateira, aumentando a demanda pelo produto e a rentabilidade de toda a cadeia produtiva.

O estudo revelou que o extrato em pó de erva-mate verde apresenta um elevado conteúdo de compostos fenólicos totais (17,83%), o que explicaria sua eficiente atividade antioxidante, demonstrada pela atividade captadora de radical livre DPPH (IC<sub>50</sub>) e atividade antioxidante como catalase (catalase-like). O extrato em pó de erva-mate pode ser considerado um antioxidante natural, com possibilidades de substituição total ou parcial de antioxidantes sintéticos no desenvolvimento de novos produtos.

O extrato de erva-mate apresentou eficiente atividade antimicrobiana frente à cepa de *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923). Este experimento demonstrou que o processamento tecnológico da erva-mate por spray-dryer com extração aquosa, permitiu obter um novo ingrediente, com potencial de aplicação industrial para controlar e/ou inibir a contaminação microbiológica.

A tecnologia de microencapsulação por *spray-dryer* utilizando diferentes hidrocoloides (agentes encapsulantes) permitiu obter microcápsulas de erva-mate com distintas propriedades químicas, funcionais, tecnológicas e morfológicas. Os diferentes ingredientes obtidos por essa tecnologia de secagem podem ser utilizados no desenvolvimento de bebidas e alimentos funcionais, dietéticos e nutricionais.